



# Approche multi-échelle des propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires soumis à des élévations de température

Grégory Caratini

## ► To cite this version:

Grégory Caratini. Approche multi-échelle des propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires soumis à des élévations de température. Matériaux. Université Paris-Est, 2012. Français. NNT : 2012PEST1023 . pastel-00730828

**HAL Id: pastel-00730828**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00730828>**

Submitted on 11 Sep 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



**Thèse soutenue**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR EN SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ PARIS-EST**

par

**CARATINI Grégory**

---

Sujet de thèse :

**Approche multi-échelles de l'évolution des propriétés  
mécaniques et de transport des matériaux cimentaires soumis à  
des élévations de température.**

---

Soutenance effectuée le 21 mai 2012 devant le jury composé de

Président	WITTMANN F.
Rapporteur	BRENNER R.
Rapporteur	SELLIER A.
Examinatrice	BAROGHEL-BOUNY V.
Examineur	GUILLOT X.
Co-Directeur de thèse	SKOCZYLAS F.
Directeur de thèse	DORMIEUX L.



# Remerciements

Ce travail a été réalisé entre l'équipe Micromécanique et Calcul des Structures du Laboratoire Navier de l'Ecole des Ponts ParisTech et le Laboratoire de Mécanique de Lille de l'Ecole Centrale Lille. Je souhaite donc d'abord adresser toute ma reconnaissance à mes directeurs de thèse pour m'avoir dirigé pendant ces années. M. Luc Dormieux aux côtés de qui j'ai pu découvrir et apprendre la micromécanique, d'abord en Master puis en thèse. Je retiendrai notamment sa grande pédagogie ainsi que la clarté et la profondeur de ses analyses. Je remercie également M. Frédéric Skoczylas qui m'a accueilli chaleureusement dans son équipe lors de mes séjours à Lille. Sa rigueur expérimentale et son analyse fine des résultats m'ont été très précieuses.

Je remercie M. Folker Wittmann d'avoir bien voulu présider le jury. Merci aussi à M. Renald Brenner et M. Alain Sellier d'avoir lu cette thèse et pour les points d'attention qu'ils ont soulevés. Mes remerciements s'adressent également à Mme Véronique Baroghel-Bouny et à M. Xavier Guillot qui ont accepté de faire partie du jury et pour leurs remarques et questions intéressantes. J'en profite pour remercier l'ATILH qui a financé ce travail, et en particulier M. Xavier Guillot et M. Laurent Izoret pour leurs suivis,

Je tiens ensuite à remercier tout l'équipe de Lille. Marie-Claude et Thierry pour leur aide dans la préparation des échantillons et des essais. Catherine et Franck pour leurs nombreux conseils et leurs apports à ce travail. Flore, Sofia, Laurent, Zhibo pour tous les repas sympathiques partagés. Et tous les doctorants de l'équipe qui ont rendu le travail très agréable.

Je remercie également toute l'équipe Micromécanique. Denis et Patrick pour les discussions du midi notamment. Un grand merci à Ghazi qui m'a permis de m'aérer du quotidien de la thèse, et à Sophie pour sa bonne humeur et ses conseils sur le travail entre 2 laboratoires. Merci également aux doctorants et post-doctorants, Quang, Vanh Tuan, Sy Tuan, Zheng, François, Maxime, Viet Tuan, Duh Tuong. Un merci particulier à Mme Nadine Catoire et Mme Marie-Françoise Kaspi qui m'ont facilité l'organisation tardive de déplacements.

Je finis ces remerciements par ma famille, qui a toujours été présente et m'a toujours soutenu. Je pense principalement à mes grands-parents, mes parents et ma petite soeur. Et enfin un grand merci à ma femme Alexandra, qui m'a accompagné pendant ces 3 années de thèse et dont la présence a contribué à l'accomplissement de ce projet.





# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>i</b>
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Problématique et approche envisagée</b>	<b>5</b>
1.1 Composition des matériaux cimentaires . . . . .	6
1.1.1 Fabrication du ciment Portland . . . . .	6
1.1.2 Hydratation du ciment . . . . .	7
1.1.3 Microstructure de la pâte durcie . . . . .	9
1.1.4 Caractère multi-échelle des matériaux cimentaires . . . . .	11
1.1.5 L'eau dans la pâte . . . . .	15
1.2 Approche multi-échelle envisagée . . . . .	16
1.2.1 Approche expérimentale . . . . .	16
1.2.2 Outils de modélisation . . . . .	18
1.3 Matériaux utilisés et préparation des échantillons . . . . .	30
1.3.1 Présentation des matériaux utilisés . . . . .	30
1.3.2 Choix d'un état de référence . . . . .	32
1.3.3 Températures de traitement choisies . . . . .	32
<b>I Propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires secs</b>	<b>39</b>
<b>2 Propriétés élastiques de composites cimentaires secs</b>	<b>41</b>
2.1 Mesure macroscopique des propriétés élastiques du mortier . . . . .	42
2.1.1 L'essai de compression uni-axiale . . . . .	42
2.1.2 L'essai de compression hydrostatique . . . . .	45
2.2 Résultats expérimentaux sur mortier . . . . .	47
2.2.1 Résultats sur le mortier M58 . . . . .	47
2.2.2 Influence de la fraction volumique de sable . . . . .	48
2.3 Séchage des mortiers et bétons : conséquences mécaniques . . . . .	48
2.3.1 Mécanismes de séchage . . . . .	49
2.3.2 Variations dimensionnelles . . . . .	49
2.3.3 Effets mécaniques du séchage . . . . .	50
2.4 Estimation des propriétés élastiques du mortier . . . . .	52
2.4.1 Le schéma de Mori-Tanaka . . . . .	52
2.4.2 Application au milieu poreux . . . . .	54
2.4.3 Application à l'estimation des modules élastiques . . . . .	55
2.4.4 ITZ et homogénéisation : modèle de double inclusion . . . . .	59
2.4.5 ITZ et homogénéisation : modèle avec interfaces imparfaites . . . . .	62
2.4.6 Coefficient de Biot homogénéisé . . . . .	63

2.5	Application au mortier étudié . . . . .	67
2.5.1	Estimation des propriétés élastiques . . . . .	67
2.5.2	Estimation du coefficient de Biot . . . . .	67
2.5.3	Influence de la fraction volumique de sable . . . . .	70
2.5.4	Commentaires sur les modélisations réalisées . . . . .	72
<b>3</b>	<b>Propriétés élastiques de la pâte de ciment sèche</b>	<b>73</b>
3.1	La pâte de ciment durcie . . . . .	74
3.1.1	Les différents ciments . . . . .	74
3.1.2	Microstructure de la pâte durcie . . . . .	74
3.1.3	Paramètres influant sur les propriétés élastiques . . . . .	80
3.2	Mesure des propriétés élastiques des pâtes étudiées . . . . .	85
3.2.1	Résultats expérimentaux de compression simple . . . . .	85
3.2.2	Résultats expérimentaux poro-mécaniques . . . . .	85
3.3	Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment . . . . .	91
3.3.1	Le schéma auto-cohérent . . . . .	91
3.3.2	Modèle d'hydratation . . . . .	93
3.3.3	Schéma d'homogénéisation . . . . .	95
3.3.4	Schéma d'homogénéisation avec des sphères CSH . . . . .	97
3.3.5	Coefficient de Biot homogénéisé . . . . .	102
3.3.6	Remarques sur le modèle proposé . . . . .	103
<b>4</b>	<b>Résistance des matériaux cimentaires secs</b>	<b>105</b>
4.1	Mesure de la résistance des matériaux cimentaires secs . . . . .	106
4.2	Estimation de la résistance du mortier . . . . .	107
4.2.1	Moyenne quadratique de la déformation déviatorique . . . . .	107
4.2.2	Moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface . . .	108
4.2.3	Un problème d'homogénéisation non linéaire . . . . .	109
4.2.4	Rupture de la matrice solide . . . . .	109
4.2.5	Rupture à l'interface des grains . . . . .	112
4.3	Estimation de la résistance de la pâte de ciment . . . . .	113
4.3.1	Rupture à l'interface des particules de CSH dans la phase BD . . . . .	113
4.3.2	Rupture mixte intra et inter-particulaire . . . . .	117
<b>5</b>	<b>Propriétés de transport des matériaux cimentaires secs</b>	<b>125</b>
5.1	Mesure expérimentale et estimation des propriétés de transport . . . . .	126
5.1.1	Techniques expérimentales de mesure de la porosité . . . . .	126
5.1.2	Notion de perméabilité : loi de Darcy . . . . .	132
5.1.3	Techniques expérimentales de mesure de la perméabilité . . . . .	133
5.1.4	Estimation micromécanique de la perméabilité . . . . .	134
5.2	Propriétés de transport de la pâte de ciment . . . . .	136
5.2.1	Résultats expérimentaux sur pâte . . . . .	136
5.2.2	Estimation micromécanique de la perméabilité de la pâte . . . . .	137
5.2.3	Influence de la morphologie . . . . .	141
5.3	Propriétés de transport du mortier . . . . .	143
5.3.1	Résultats expérimentaux sur mortier . . . . .	143
5.3.2	Estimation micromécanique de la perméabilité . . . . .	144

<b>II</b>	<b>Hautes températures et matériaux cimentaires</b>	<b>147</b>
<b>6</b>	<b>Revue bibliographique : matériaux cimentaires et hautes températures</b>	<b>149</b>
6.1	Déformation thermique des matériaux cimentaires . . . . .	150
6.1.1	Déformation thermique de la pâte de ciment . . . . .	150
6.1.2	Déformation thermique des granulats . . . . .	150
6.1.3	Déformation thermique des mortiers et bétons . . . . .	151
6.1.4	Déformation thermique transitoire . . . . .	151
6.2	Effet de la température sur la microstructure . . . . .	154
6.2.1	Évolution de l'espace poreux . . . . .	154
6.2.2	Comportement des hydrates vis à vis de la température . . . . .	156
6.2.3	Fissuration due au traitement thermique . . . . .	157
6.3	Effet de la température sur les propriétés mécaniques . . . . .	159
6.3.1	Évolution des propriétés élastiques . . . . .	159
6.3.2	Évolution de la résistance . . . . .	162
6.4	Effet de la température sur les propriétés de transport . . . . .	163
<b>7</b>	<b>Micromécanique et endommagement thermique</b>	<b>167</b>
7.1	Homogénéisation en thermo-élasticité . . . . .	168
7.1.1	La notion d'état résiduel . . . . .	168
7.1.2	Propriétés thermiques homogénéisées . . . . .	169
7.1.3	Contraintes résiduelles thermiques . . . . .	169
7.2	Endommagement thermique uni-échelle du polycristal . . . . .	171
7.2.1	Approche micromécanique de l'endommagement des interfaces . . . . .	171
7.2.2	Dilatation thermique microscopique isotrope . . . . .	177
7.2.3	Modèle à interfaces imparfaites : inclusion équivalente dans un cas isotrope	179
7.2.4	Dilatation thermique microscopique anisotrope . . . . .	180
7.3	Endommagement thermique uni-échelle du composite à matrice . . . . .	183
7.3.1	Matériau homogène fissuré . . . . .	183
7.3.2	Composite à matrice : fissures matricielles . . . . .	186
7.3.3	Composite à matrice : dégradation des interfaces des inclusions . . . . .	188
7.3.4	Composite à matrice : mécanismes d'endommagement conjoints . . . . .	189
7.4	Endommagement thermique multi-échelle . . . . .	189
7.4.1	Endommagement des interfaces des phases du polycristal . . . . .	189
7.4.2	Endommagement matriciel à l'échelle des inclusions . . . . .	190
7.4.3	Endommagement conjoint . . . . .	190
<b>8</b>	<b>Effet des hautes températures sur les propriétés de la pâte de ciment</b>	<b>193</b>
8.1	Variations massiques et dimensionnelles . . . . .	194
8.2	Évolution expérimentale des propriétés mécaniques . . . . .	194
8.2.1	Résultats des essais de compression simple . . . . .	195
8.2.2	Résultats de micro-indentation . . . . .	199
8.2.3	Résultats des essais poro-mécaniques . . . . .	202
8.2.4	Évolution du module de compressibilité $K_b$ . . . . .	202
8.3	Évolution expérimentale des propriétés de transport . . . . .	209
8.3.1	Évolution de la porosité . . . . .	209
8.3.2	Évolution de la perméabilité . . . . .	212
8.4	Analyse multi-échelle de l'effet des hautes températures . . . . .	215

<b>9</b>	<b>Effet des hautes températures sur les propriétés du mortier</b>	<b>219</b>
9.1	Variations massiques et dimensionnelles . . . . .	220
9.2	Évolution des propriétés mécaniques . . . . .	221
9.2.1	Résultats expérimentaux en compression simple . . . . .	221
9.2.2	Résultats expérimentaux des essais poro-mécaniques . . . . .	221
9.3	Analyse multi-échelle de l'évolution des propriétés mécaniques . . . . .	224
9.3.1	Origine de la dégradation thermique . . . . .	224
9.3.2	Dilatation thermique de la pâte de ciment . . . . .	225
9.3.3	Application au mortier M58 . . . . .	229
9.4	Évolution des propriétés de transport . . . . .	231
9.4.1	Évolution expérimentale de la perméabilité . . . . .	231
9.5	Analyse multi-échelle de l'évolution des propriétés de transport . . . . .	233
9.5.1	Modèle à fissures perméables . . . . .	233
9.5.2	Effet du confinement sur la mesure de perméabilité . . . . .	233
9.5.3	Application au mortier M58 . . . . .	235
9.5.4	Influence de la fraction volumique de sable . . . . .	239
<b>10</b>	<b>Capacité de cicatrisation de la pâte de ciment</b>	<b>245</b>
10.1	Effet d'une resaturation sur la microstructure de la pâte . . . . .	246
10.2	Évolution expérimentale des propriétés de la pâte resaturée . . . . .	248
10.2.1	Protocole expérimental . . . . .	248
10.2.2	Évolution de la porosité . . . . .	248
10.2.3	Évolution des propriétés mécaniques . . . . .	249
10.2.4	Variations dimensionnelles des échantillons resaturés . . . . .	251
	<b>Conclusions</b>	<b>255</b>
<b>A</b>	<b>Lien entre modèles à interfaces imparfaites et de double inclusion</b>	<b>259</b>
A.1	Le modèle avec interface vu comme limite du modèle à double inclusion . . . . .	259
A.2	Cas d'une couche d'épaisseur non nulle . . . . .	260
<b>B</b>	<b>Modèles à interfaces et inclusions non sphériques</b>	<b>263</b>
B.1	Approche semi-analytique utilisée . . . . .	264
B.1.1	Éléments finis joints bi-dimensionnels . . . . .	264
B.1.2	Démarche de calcul . . . . .	264
B.2	Application aux composites à matrice avec inclusions interfacées . . . . .	266
B.2.1	Application à des inclusions circulaires . . . . .	266
B.2.2	Application à des inclusions elliptiques . . . . .	268

# Introduction

De tout temps les civilisations ont utilisé des liants pour bâtir. Les Égyptiens vers -2600 utilisaient déjà un mélange de chaux, d'argile, de sable et d'eau. Ces techniques ont été transmises au fil des temps et ont notamment permis à l'Empire Romain de construire nombre d'édifices durables tels que le Panthéon de Rome, le pont du Gard, . . . , vieux de 2000 ans. Néanmoins c'est



FIGURE 1 – La voûte intérieure du Panthéon de Rome.



FIGURE 2 – Le pont du Gard, utilisé comme aqueduc avant le  $VI^e$  siècle.

en 1818 que les techniques anciennes phénoménologiques font place à une approche scientifique par Louis Vicat, ingénieur français, suite à ses travaux sur l'hydraulicité des chaux, où il établit les proportions des différents composants nécessaires à la fabrication du ciment moderne, le ciment Portland. Nombre de travaux scientifiques ont depuis été menés sur ce matériau.

Pourtant, à l'heure actuelle, de nombreuses interrogations subsistent toujours sur le ciment. D'autant plus que l'évolution des technologies et des outils d'analyse permettent d'explorer de

nouvelles échelles et que les environnements dans lesquels les composites cimentaires sont amenés à être utilisés sont de plus en plus extrêmes (centrales et stockage de déchets nucléaires, puits géothermiques, ...). La connaissance précise de leur microstructure est de plus en plus accessible, et la compréhension du lien entre cette microstructure et les propriétés macroscopiques devient un enjeu majeur pour appréhender au mieux l'utilisation moderne de ces matériaux. Le choix d'une approche multi-échelle est donc séduisante pour l'étude des composites cimentaires, et cette démarche sera au coeur du travail présenté ici. Nous nous pencherons en effet tout au long de ce travail sur les possibilités offertes par la micromécanique pour appréhender le comportement de ce type de matériau hétérogène multi-échelle. La question de la possibilité du passage théorique de la pâte de ciment au mortier, et inversement, sera un des enjeux de ce travail.

Par ailleurs, des activités industrielles modernes ou des accidents (incendie) soumettent les structures béton à des hautes températures. Ce travail pose la question de l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport des composites cimentaires. Nous verrons que les températures mises en jeu ne permettent pas de répondre à la problématique des incendies, nous nous intéresserons en effet à des situations de chauffage sans gradient jusqu'à  $400^{\circ}\text{C}$ , conditions plus proches du stockage profond de déchets nucléaires ou de l'accident de centrale nucléaire.



FIGURE 3 – A gauche, test feu dans un tunnel. A droite, le tristement célèbre incendie du tunnel du Mont-Blanc de 1999.

Ainsi, nous utiliserons des outils expérimentaux et la micromécanique pour tenter de comprendre les mécanismes locaux mis en jeu lors d'une exposition à hautes températures. Nous utiliserons plusieurs températures de traitement et nous étudierons l'évolution des propriétés citées plus haut à ces températures en comparaison à un état de référence, pris ici comme le séchage à  $60^{\circ}\text{C}$ . Il apparaîtra toutefois que cet état de référence n'est pas neutre, et nous nous poserons alors la question de l'effet de ce séchage et les outils micromécaniques permettant de rendre compte de cet état.

Le *chapitre 1* présente d'abord le ciment, la problématique posée par ce travail et les moyens utilisés. Nous présenterons la microstructure de ces matériaux, leur caractère multi-échelle, et les approches expérimentales et de modélisation envisagées.

L'état de référence ayant déjà affecté la microstructure, la **partie 1** s'intéressera aux propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires secs. Le *chapitre 2* s'intéresse aux propriétés poro-élastiques des composites cimentaires, et en particulier des mortiers. Nous nous intéresserons notamment à l'influence de la fraction volumique de sable, aux conséquences de la Zone de Transition Interfaciale et aux moyens de modélisation rendant compte de ces effets. Le *chapitre 3* porte sur les propriétés poro-élastiques de pâtes de ciment sèches. Nous aborde-

rons les différentes formes d'hydrates et en particulier les modèles de la littérature concernant le microstructure des CSH. Le *chapitre 4* traite de la résistance des matériaux cimentaires, et de l'estimation micromécanique de cette résistance. Enfin le *chapitre 5* aborde les propriétés de transport de ces matériaux, à la fois la mesure de porosité et de perméabilité, et les estimations micromécaniques de la perméabilité.

Une fois l'état de référence caractérisé, la **partie 2** s'intéressera donc aux effets des hautes températures sur les matériaux cimentaires. Le *chapitre 6* présente une revue bibliographie non exhaustive du comportement de ces matériaux vis à vis des hautes températures. Nous abordons ensuite au *chapitre 7* le cadre théorique de l'utilisation de la micromécanique pour la modélisation de l'endommagement thermique. Les *chapitres 8 et 9* portent enfin sur l'effet des hautes températures sur la pâte de ciment et le mortier respectivement. Nous présenterons brièvement pour finir au *chapitre 10* la possibilité de cicatrisation de la pâte après avoir subi un traitement thermique.





# Chapitre 1

## Problématique et approche envisagée

*L'objectif de ce chapitre est de familiariser le lecteur avec les matériaux étudiés dans cette thèse - les matériaux cimentaires - et de donner un aperçu de leur microstructure. On insistera notamment sur le caractère multi-échelle des matériaux cimentaires, ce qui justifiera par la suite l'approche choisie et les outils utilisés.*

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Composition des matériaux cimentaires . . . . .</b>	<b>6</b>
1.1.1	Fabrication du ciment Portland . . . . .	6
1.1.2	Hydratation du ciment . . . . .	7
1.1.3	Microstructure de la pâte durcie . . . . .	9
1.1.4	Caractère multi-échelle des matériaux cimentaires . . . . .	11
1.1.5	L'eau dans la pâte . . . . .	15
<b>1.2</b>	<b>Approche multi-échelle envisagée . . . . .</b>	<b>16</b>
1.2.1	Approche expérimentale . . . . .	16
1.2.2	Outils de modélisation . . . . .	18
<b>1.3</b>	<b>Matériaux utilisés et préparation des échantillons . . . . .</b>	<b>30</b>
1.3.1	Présentation des matériaux utilisés . . . . .	30
1.3.2	Choix d'un état de référence . . . . .	32
1.3.3	Températures de traitement choisies . . . . .	32

---

Le ciment fait partie des liants hydrauliques : ses composants réagissent avec l'eau. Un liant est un produit utilisé comme agent de liaison entre divers composants ou comme revêtement dans le BTP. Les principaux sont les plâtres, les argiles, les chaux, les bitumes et les ciments. Ces derniers font l'objet de cette thèse, nous allons ainsi dans un premier temps les décrire.

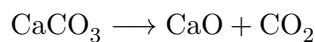
## 1.1 Composition des matériaux cimentaires

### 1.1.1 Fabrication du ciment Portland

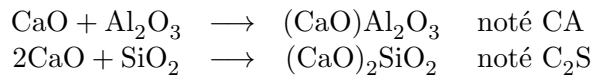
Le fabrication du ciment peut se résumer schématiquement aux étapes suivantes :

1. l' **extraction** : les matières premières majeures sont le calcaire  $\text{CaCO}_3$  et l'argile  $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  dans des proportions proches de 80 % – 20 % : elles sont généralement tirées de carrières.
2. la **préparation du cru** : la matière est échantillonnée ou prélevée de manière à obtenir un mélange homogène afin d'assurer une composition régulière dans le temps. Il se compose de :
  - (a) Carbonate de Calcium  $\text{CaCO}_3$  : de 77 à 83 %
  - (b) Silice  $\text{SiO}_2$  : de 13 à 14 %
  - (c) Alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  : de 2 à 4 %
  - (d) Ferrite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  : de 1,5 à 3 %
3. le **séchage** et le **broyage** : pour favoriser les réactions chimiques ultérieures, les matières premières sont séchées, homogénéisées et finement broyées. Ce mélange homogène est appelé **cru** ou **farine**.
4. la **cuisson** : elle se fait à une température proche de  $1450^\circ\text{C}$  dans un four rotatif. La matière circule à contre sens de gaz de combustion et subit différentes transformations physico-chimiques :

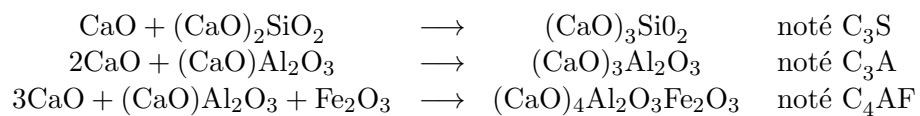
- (a) la décarbonatation du carbonate de calcium entre 600 et  $1000^\circ\text{C}$  donne de la chaux vive :



La chaux se recombine immédiatement avec la silice et l'alumine provenant de la scission de l'argile :



- (b) ces produits réagissent avec la chaux restée libre à des températures supérieures à  $1000^\circ\text{C}$  :



- (c) enfin à la sortie du four, vers  $1450^\circ\text{C}$ , les produits commencent à fondre et s'agglutinent sous forme de billes : c'est la **clinkérisation**. Les réactions précédemment citées se parachèvent.

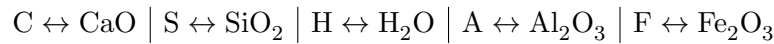
## 1.1 Composition des matériaux cimentaires

5. le **broyage** : le clinker est refroidi brutalement en sortie du four. Il est ensuite broyé finement pour former une farine avec des grains de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$  de diamètre. On y ajoute ensuite 3 à 5 % de gypse  $\text{CaSO}_4$  destiné à réguler la prise : on obtient ainsi le **ciment Portland**. D'éventuels composés peuvent alors être ajoutés, tels que des laitiers de hauts fourneaux, des cendres volantes, des fillers calcaires, ...

Les principales phases du ciment Portland sont donc :

- le **silicate tricalcique**  $\text{C}_3\text{S}$  ou **alite** ( 45 à 80 % )
- le **silicate bicalcique**  $\text{C}_2\text{S}$  ou **bélite** ( 5 à 30 % )
- l'**aluminate tricalcique**  $\text{C}_3\text{A}$  ( 1 à 15 % )
- l'**aluminoferrite tétracalcique**  $\text{C}_4\text{AF}$  ( 2 à 17 % )

Nous utilisons ainsi la notation cimentière :



Pour finir, on peut observer la microstructure granulaire nette des silicates tricalciques sur les images MEB suivantes :

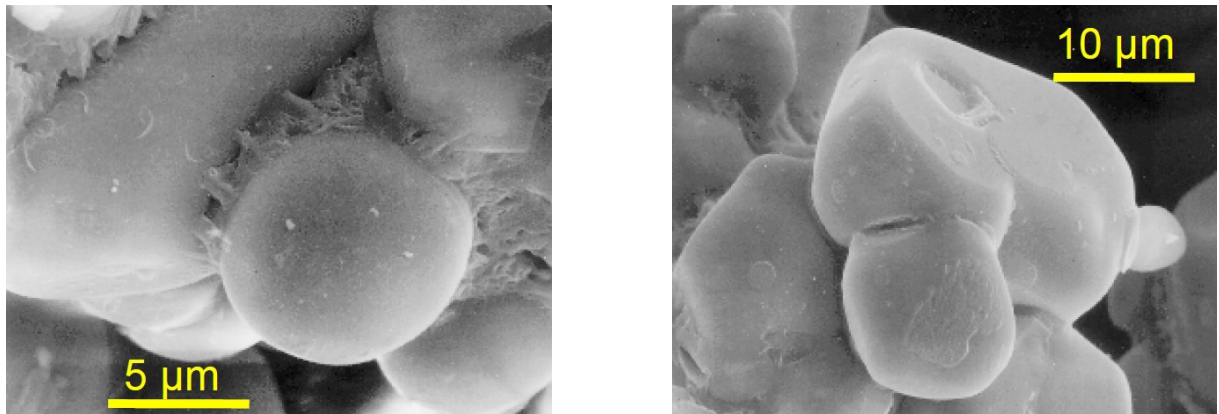
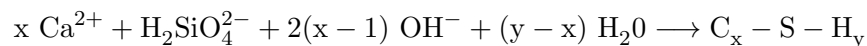


FIGURE 1.1 – Observation au microscope électronique à balayage de grains de  $\text{C}_3\text{S}$ . Images tirées de [124] à gauche et du CERILH à droite.

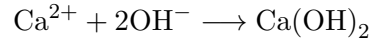
### 1.1.2 Hydratation du ciment

Comme dit précédemment, le ciment est un liant hydraulique. Ses composés vont réagir avec l'eau. Comme le  $\text{C}_3\text{S}$  est l'élément majoritaire, son hydratation contrôle approximativement la cinétique globale. Néanmoins, il existe une synergie entre les réactions d'hydratation des différents composés minéraux. En 1887, Le Châtelier conclue que l'hydratation du ciment suit un processus de dissolution des phases anhydres du clinker suivie d'une précipitation de phases hydratées. Le processus d'hydratation est de plus thermoactivé : la cinétique des réactions chimiques entrant en jeu augmente avec la température.

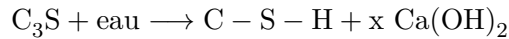
1. Réaction d'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$  : au cours d'une première phase dite initiale, le  $\text{C}_3\text{S}$  se dissout superficiellement, libérant des ions silicates, des ions  $\text{OH}^-$  qui procurent un pH élevé (de l'ordre de 12,8) et des ions calcium  $\text{Ca}^{2+}$ . Il se forme alors en faible quantité des silicates de calcium hydratés notés CSH consommant ainsi une partie des ions calcium, selon la réaction :



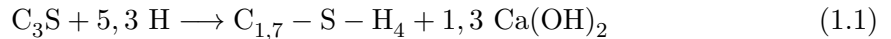
Les ions non consommés restent alors en solution et leur concentration augmente. Cette phase initiale fait suite à une phase dormante : les réactions précédentes se poursuivent à vitesse lente. Lorsque la solution devient sursaturée en ions calcium et hydroxyle, la portlandite  $\text{Ca(OH)}_2$  précipite en cristaux plats hexagonaux empilés (de 0,01 à 0,1  $\mu\text{m}$ ) , selon la réaction suivante :



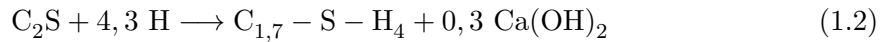
Il y a un effet de "pompe à calcium" qui accélère le processus d'hydratation et les C-S-H précipitent en grande quantité, à la fois autour des grains anhydres consommés et dans la solution interstitielle. Ceci est la phase de **prise** : la fraction volumique de CSH est alors suffisante pour former un chemin continu conférant au milieu une rigidité mécanique. On parle de **seuil de percolation**. La phase de prise fait place à une phase de **durcissement**. Après une dizaine d'heures, la couche d'hydrates autour des grains est suffisamment dense pour ralentir la diffusion des ions et de l'eau. La vitesse des réactions diminue alors fortement et l'hydratation totale ne sera atteinte que plusieurs années après, si l'eau disponible dans la pâte est en quantité suffisante. On résume donc l'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$  par la réaction bilan suivante :



Une réécriture de la réaction d'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$  peut donc être la suivante :



2. Réaction d'hydratation du  $\text{C}_2\text{S}$  : le processus d'hydratation du  $\text{C}_2\text{S}$  est semblable au  $\text{C}_3\text{S}$ . La réaction bilan est alors :



Les CSH représentent en moyenne 50 à 70 % d'une pâte de ciment durcie, la portlandite de 10 à 25 %. Cette dernière a un rôle majeur dans la durabilité des structures en béton. En effet, sa dissolution partielle et progressive dans la solution interstitielle du béton permet le maintien d'un pH élevé (entre 12 et 13,5) et empêche donc la corrosion des armatures.

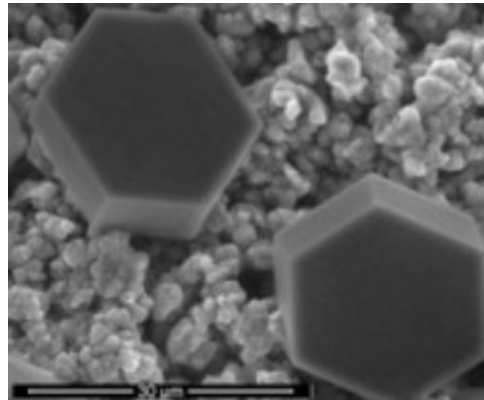


FIGURE 1.2 – Observation au microscope électronique à balayage de cristaux de portlandite dans une pâte de  $\text{C}_3\text{S}$  [68].

3. Réaction d'hydratation du  $\text{C}_3\text{A}$  et du  $\text{C}_4\text{AF}$  : la réaction de l'aluminate tricalcique  $\text{C}_3\text{A}$  avec l'eau est immédiate et crée des aluminates hydratés. Si on laissait cette réaction

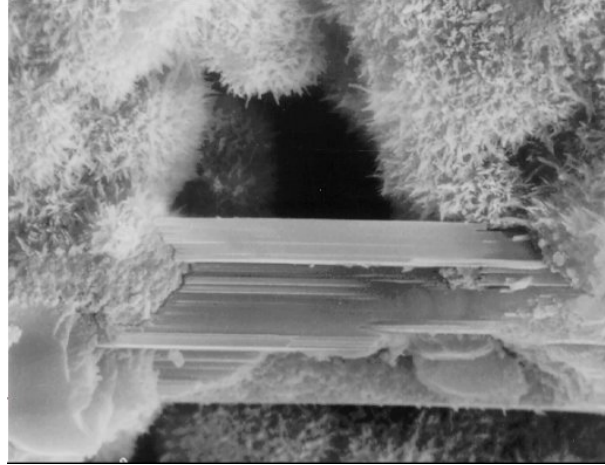


FIGURE 1.3 – Observation microscopique de la pâte de ciment durcie, avec des "oursins" de C-S-H et au centre un cristal de portlandite [124].

intervenir, elle conduirait à un raidissement prématuré de la pâte empêchant l'hydratation des silicates. Aussi pour empêcher ce phénomène, le ciment contient approximativement 5 % de gypse  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Le  $\text{C}_3\text{A}$  réagit donc d'abord avec le gypse pour former du trisulfoaluminate de calcium hydraté ou ettringite :



Le gypse étant consommé, la concentration en sulfates chute. L'ettringite se dissout alors pour devenir la nouvelle source d'ions sulfates. Ces derniers réagissent alors avec le  $\text{C}_3\text{A}$  pour former du monosulfoaluminate de calcium hydraté ou ettringite monosulfate. En terme de durabilité, le dosage en gypse est très important ; l'un des risques majeur pour les structures est la formation d'ettringite différée (ou DEF), qui est expansive et peut alors fissurer les structures. En effet l'ettringite monosulfate peut réagir avec des ions sulfates pour reformer de l'ettringite. Une solution est d'utiliser des ciments à faible teneur en aluminates pour diminuer la quantité de gypse nécessaire.

Pour le  $\text{C}_4\text{AF}$  les réactions sont similaires, en substituant aux aluminates des aluminoferrites.

Quel est alors l'intérêt d'utiliser des composés alumineux ? En fait, ils sont utilisés pour leur pouvoir fondant lors de la fabrication du ciment, ce qui permet d'abaisser la température de fusion dans le four. De plus, l'hydratation du  $\text{C}_3\text{A}$  est très exothermique, et le dégagement de chaleur induit peut accélérer l'hydratation des silicates de calcium. Les aluminates ont de fait un effet accélérateur de prise et de durcissement.

Les composants présentés précédemment sont les éléments majoritaires du clinker. Toutefois le clinker ne se résume pas à ces seuls éléments, qui n'ont déjà pas en plus une composition totalement homogène. On peut, suivant les applications choisies, y ajouter des additions minérales tels des fillers calcaires, des laitiers vitrifiés, des cendres volantes ou des fumées de silice, ... Les produits d'hydratation du clinker sont donc eux mêmes très hétérogènes. D'ailleurs, il existe en fait plusieurs types de CSH, différant en stœchiométrie par leur rapport  $\frac{\text{C}}{\text{S}}$ . En moyenne, ce rapport est égal à 1,7 [125] , comme le montre la figure 1.4.

### 1.1.3 Microstructure de la pâte durcie

La pâte de ciment durcie est donc composée principalement des hydrates suivants :

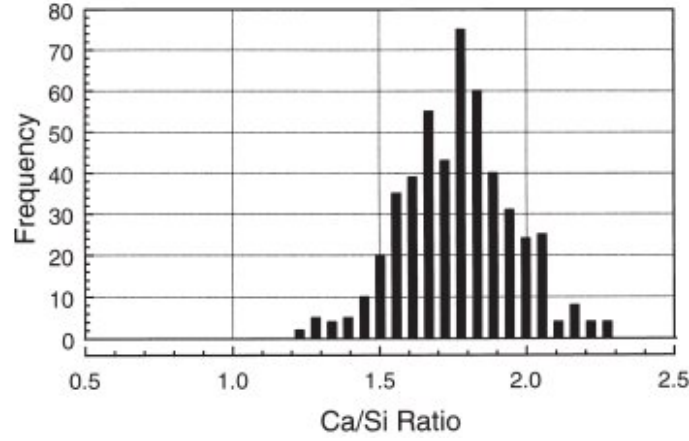


FIGURE 1.4 – Histogramme fréquentiel des rapports  $\frac{C}{S}$  obtenus sur des pâtes de ciment Portland âgées de 1 à 3,5 ans [125].

- le **silicate de calcium hydraté** CSH, présent à hauteur de 50 à 70 %.
- la **portlandite**  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , entre 10 et 20 %.
- les **aluminates** et notamment l'**ettringite**, de 5 à 15 %.

Outre les hydrates, elle comporte des pores, contenant de l'eau et/ou de l'air, et éventuellement des composés anhydres suivant le rapport  $\frac{e}{c} = \frac{\text{masse d'eau}}{\text{masse de ciment}}$  utilisé, et le **degré d'hydratation**, noté  $\alpha$ , que l'on considère.  $\alpha$  est égal à la proportion de volume d'anhydre qui a été hydraté. Il existe de nombreux modèles d'hydratation, tels [16, 88, 152]. Un modèle simple et très utilisé est le modèle d'hydratation de Powers et Brownyard [121]. Il donne en effet en fonction du rapport  $\frac{e}{c}$  et du degré d'hydratation les fractions volumiques d'hydrates ( $h$ ), d'anhydres ( $a$ ), de pores capillaires ( $pc$ ) et d'eau ( $e$ ). Les seules données nécessaires sont le volume d'hydrates formés ( $\simeq 2,13$ ) et le volume d'eau consommé ( $\simeq 1,31$ ) lorsqu'un volume de ciment est consommé par les réactions d'hydratation. La masse volumique d'anhydre est également nécessaire  $\rho_a \simeq 3,13$ . On calcule alors les fractions volumiques des différentes phases par :

$$f_h = \frac{0.68\alpha}{e/c + 0.32}, \quad f_a = \frac{0.32(1 - \alpha)}{e/c + 0.32}, \quad f_e = \frac{e/c - 0.42\alpha}{e/c + 0.32}, \quad f_{pc} = \frac{e/c - 0.36\alpha}{e/c + 0.32} \quad (1.4)$$

Par ailleurs, la porosité de la pâte ne se réduit pas aux seuls pores capillaires. Il faut en effet rajouter la porosité des hydrates, dits pores de gel, que Powers estime à 0,28. La fraction volumique  $f_p$  de pores est alors donnée par :

$$f_p = \frac{e/c - 0.17\alpha}{e/c + 0.32} \quad (1.5)$$

Nous pouvons dès lors faire deux remarques sur le modèle. Tout d'abord,  $f_{pc} > f_e$ , ce qui signifie que les pores capillaires ne sont que partiellement saturés d'eau. Deuxièmement, l'expression de  $f_e$  fait apparaître un rapport  $e/c$  critique, qui est celui pour lequel l'eau et l'anhydre ont été totalement consommés. En effet, pour  $e/c = 0.42$ , toute l'eau est consommée par les réactions d'hydratation. Ainsi, pour un rapport  $e/c < 0,42$ , il n'y aura pas assez d'eau pour hydrater complètement les phases anhydres : il restera une fraction volumique non nulle d'anhydres, et toute l'eau sera consommée. Au contraire, pour  $e/c > 0,42$ , il n'y a plus d'anhydre et l'excès d'eau reste présent dans la porosité capillaire. Ce rapport  $e/c$  critique diffère du rapport stœchiométrique qui est de l'ordre de 0,25. En effet, une partie de l'eau de gâchage est emprisonnée dans les pores des hydrates et n'est donc plus disponible pour l'hydratation. Le modèle de Powers peut donc se résumer au graphique suivant :

## 1.1 Composition des matériaux cimentaires

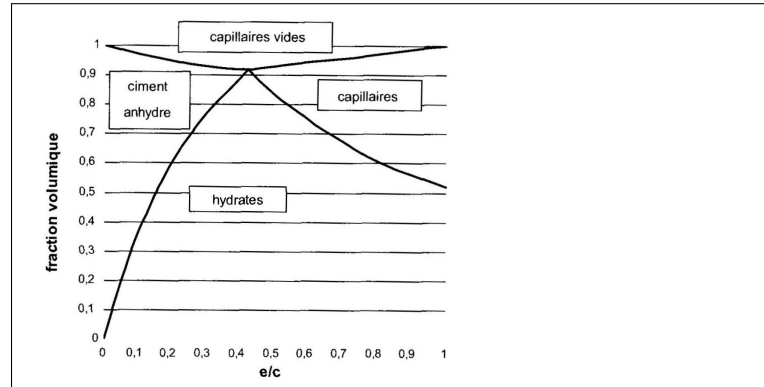


FIGURE 1.5 – Fractions volumiques des différents constituants de la pâte de ciment à la fin de l’hydratation en fonction du rapport  $e/c$  selon le modèle de Powers et Brownyard [121].

Ce modèle relativement simple donne donc les fractions volumiques des résultats de l’hydratation. Il ne fait pas en revanche de distinction entre les différents hydrates, et ne tient pas compte de la nature précise du clinker et de sa composition. Il fait en outre une hypothèse discutable : le volume de la pâte est supposé constant. En effet, le volume total de la pâte diminue au cours du temps. Il s’agit de la contraction Le Chatelier ou retrait chimique [29] : le volume d’hydrates formé est inférieur d’environ 10 % au volume d’anhydres et d’eau consommés. Néanmoins, dès le début de la prise, ce retrait est gêné par la structure rigide naissante, et son ordre de grandeur est donc bien moins grand. Ce retrait est ainsi négligé dans le modèle de Powers.

### 1.1.4 Caractère multi-échelle des matériaux cimentaires

Comme on a pu le voir précédemment, la pâte de ciment est un matériau très hétérogène. Elle comporte des éléments de composition chimique et de forme très variées. De plus, c’est un matériau multi-échelle. Comme on peut le voir sur la figure 1.6, les composants des matériaux cimentaires ont des dimensions très différentes.

Il existe un niveau lié à l’empilement de C-S-H, empilement de l’ordre de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres. Puis le niveau de la pâte de ciment, où l’on observe des cristaux de portlandite de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres. La pâte de ciment est donc déjà un matériau **hétérogène multi-échelle**. De plus, on lui rajoute des grains de sable de plusieurs centaines de micromètres de diamètre pour en faire du mortier. Et enfin, l’ajout de granulats centimétriques donne le béton. Le niveau 0, représentant la particule élémentaire de C-S-H d’une dimension nanométrique, reste un sujet d’étude et de discussion de la communauté scientifique. Nous reviendrons sur sa possible représentation ultérieurement. Et ce caractère multi-échelle affecte aussi la porosité.

Comme on le voit sur la figure 1.7, l’étendue des dimensions des pores des matériaux cimentaires est en adéquation avec les dimensions des différents hydrates de la pâte de ciment et des granulats. Ainsi, on retrouve :

- une **micro-porosité**, liée à la porosité des particules de C-S-H, de 0.5 à 2 nm.
- une **méso-porosité**, liée à la porosité à l’intérieur des empilements de C-S-H, de 2 à 50 nanomètres.
- une **macro-porosité**, de plusieurs centaines de nanomètres pour une pâte de ciment, jusqu’à l’échelle millimétrique pour un béton.

Une autre nomenclature possible, pour l’étude de la pâte de ciment notamment, est de définir une **porosité de gel**, de 0,5 à 10 nm, regroupant la micro-porosité et une partie de la méso-porosité. Elle correspond à la porosité des C-S-H ainsi qu’à la porosité entre C-S-H. L’espace



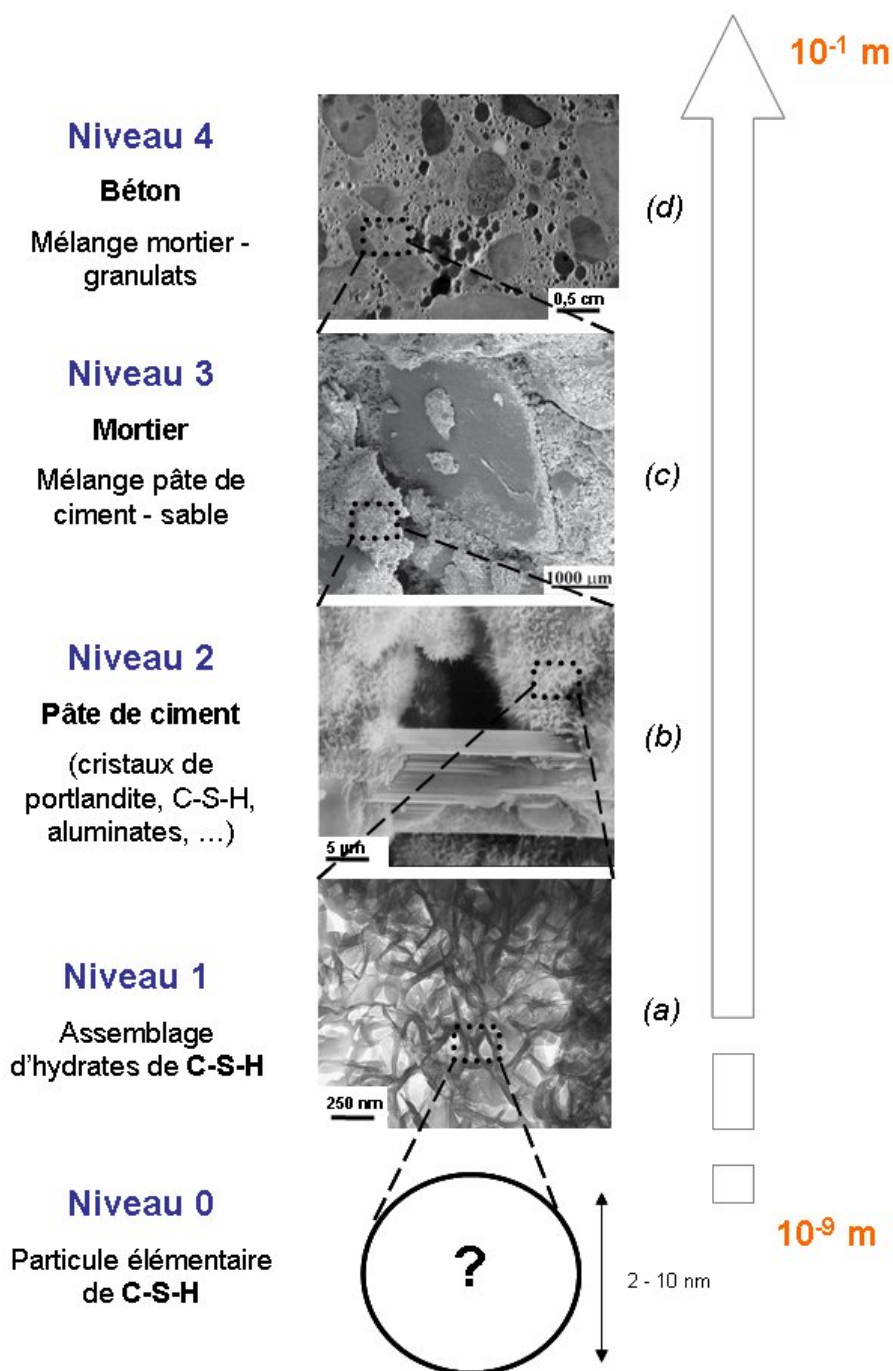


FIGURE 1.6 – Caractère multi-échelle des matériaux cimentaires : les dimensions des éléments de la microstructure de ces matériaux s'étalent sur plusieurs ordres de grandeur, du nanomètre au mètre. La figure montre au Niveau 1 un empilement de C-S-H [150] ; au Niveau 2 la pâte de ciment constituée de ses différents hydrates [124] ; au Niveau 3 le mortier, composite pâte de ciment - grains de sable millimétriques [63] ; au niveau 4 le béton, composite pâte de ciment - granulats centimétriques.

## 1.1 Composition des matériaux cimentaires

Size range	1 nm	10 nm	100 nm	1 μm	10 μm	100 μm	1 mm
Name of pores according to IUPAC	Micropores		Mesopores	Macropores			
Name of pores according to concrete science terminology	Gel pores		Capillary pores			Air voids	
Method							
Mercury intrusion porosimetry	←──						

FIGURE 1.7 – Caractère multi-échelle de la porosité des matériaux cimentaires et les dimensions couvertes par les différentes techniques expérimentales évoquées [4].

poreux complémentaire regroupe alors les pores **capillaires**, vestiges notamment de l'espace initial entre les grains anhydres. La grande variété de dimensions de pores justifie l'utilisation de techniques expérimentales variées. On peut par exemple avoir recours à la Porosimétrie Mercure (MIP) qui consiste à injecter sous des pressions croissantes du mercure dans l'espace poreux, et à relier cette pression à un rayon d'entrée de pores. La figure 1.8 montre l'étendue et la fraction des différentes dimensions de pores, ainsi que l'influence du rapport  $e/c$  sur cette répartition.

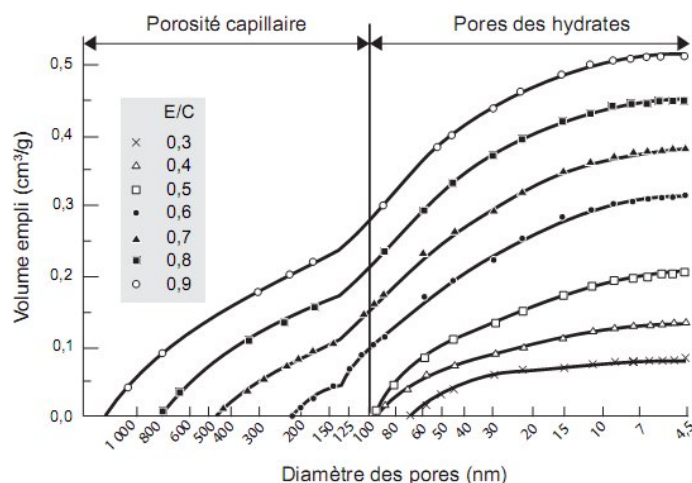


FIGURE 1.8 – Mesure par MIP des fractions de pores suivant la taille de leur rayon. [99].

Une autre technique utilisée est la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN). Elle utilise la relaxation des protons sur la surface solide en périphérie des pores, et relie, par l'intermédiaire de modèles, la mesure des temps de relaxation à une dimension de pores [119], comme le montre la figure 1.9.

Les résultats montrent ainsi des familles de pores de tailles différentes. On a bien une porosité multi-échelle. Néanmoins il faut garder à l'esprit que l'image de pore est une simplification de la géométrie des vides présents dans le matériau, vides plus ou moins connectés, et que la notion de taille de pores est liée au choix de la modélisation et de la technique expérimentale utilisées (les pores peuvent être vus cylindriques ou sphériques par exemple).

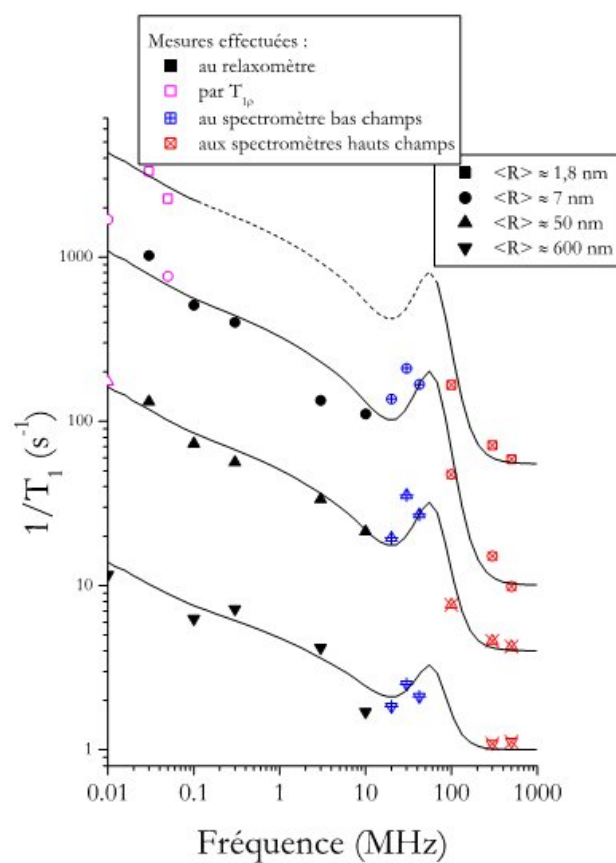


FIGURE 1.9 – Distribution des vitesses de relaxation mesurées sur une pâte de  $C_3S$  d' $e/c$  0.4 hydratée pendant 1 an. Ces vitesses sont reliées par un modèle de relaxation à une taille de pore [119].

### 1.1.5 L'eau dans la pâte

La variété de tailles de pores, et notamment la dimension nanométrique de certains d'entre eux, ainsi que la présence de produits hydratés impliquent que l'on peut classer différentes natures d'eau, selon le pouvoir de liaison mis en jeu :

- **l'eau libre** : c'est l'eau se trouvant dans les macropores, ou pores capillaires. Elle n'est soumise en effet qu'à des phénomènes capillaires selon la loi de Laplace - Young :

$$p_c = p_g - p_l = \frac{2\gamma \cos(\theta)}{r} \quad (1.6)$$

où  $p_c$  est la pression dite capillaire, différence de la pression de gaz  $p_g$  et de liquide  $p_l$ ,  $r$  le rayon de pore considéré,  $\theta$  est l'angle de mouillage et  $\gamma$  est la tension superficielle entre la phase liquide et la phase gazeuse, comme le montre la figure 1.10.

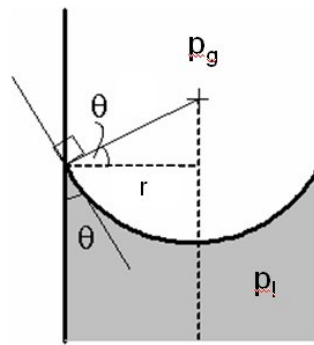


FIGURE 1.10 – Illustration de la loi de Laplace donnant la pression capillaire lors de la formation d'un ménisque liquide dans un pore cylindrique de rayon  $r$ .

L'eau étant un liquide parfaitement mouillant, son angle de mouillage est nul. Ainsi, pour l'eau, la loi de Laplace se résume à  $p_c = p_g - p_l = \frac{2\gamma}{r}$ .

- **l'eau adsorbée** : elle est adsorbée à la surface des parties solides :
  - physiquement (physisorption) : les forces d'attraction sont de type Van Der Waals, forces de faible intensité. Elle est généralement réversible.
  - chimiquement (chimisorption) : les molécules d'eau partagent alors des électrons avec des molécules de la surface solide. Les forces en jeu sont alors plus importantes que celles de l'adsorption physique. Souvent irréversible ou difficilement réversible, elle concerne une couche mono-moléculaire d'eau.
- **l'eau liée** : elle entre dans la composition des hydrates, tels les C-S-H ou l'ettringite.

## 1.2 Approche multi-échelle envisagée

Dans ce travail de thèse, nous avons adopté une approche alliant l'expérience et la modélisation. Comme décrits par la suite, les outils expérimentaux utilisés sont plutôt macroscopiques, et le travail de modélisation en micromécanique permet de relier les différentes échelles et rendre compte de phénomènes à l'échelle microscopique.

### 1.2.1 Approche expérimentale

#### Cadre théorique

Le travail expérimental mené au Laboratoire de Mécanique de Lille se fonde sur le cadre théorique de la mécanique des milieux poreux [18, 37, 46] limitée à l'élasticité linéaire isotrope et au cas de la saturation complète à température constante. Nous considérons ainsi un milieu poreux constitué d'une matrice solide continue et d'un espace poreux connecté saturé par un fluide (voir figure 1.11). Il est à noter que la matrice solide est composée d'un squelette solide et

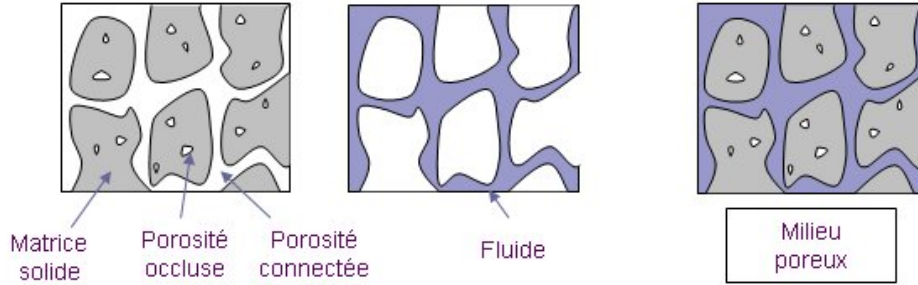


FIGURE 1.11 – Description d'un milieu poreux saturé.

d'une porosité, pores dits occlus. Ces pores ne sont pas accessibles par le fluide saturant. Dans le cadre de ce travail, nous verrons que l'état de référence est un séchage à  $60^{\circ}\text{C}$  des échantillons. Nous supposons alors que l'eau libre des pores capillaires a été évacuée, et que le matériau est alors saturé de gaz (air ou argon suivant l'expérience). La question est de déterminer le comportement mécanique d'un tel milieu.

Autour des années 1920, Terzaghi propose une réponse dans le cadre de la mécanique des sols, en faisant l'hypothèse d'un sol homogène complètement saturé. Il suppose également l'incompressibilité des particules solides et de l'eau composant le sol. Il introduit alors la notion de **contrainte effective**. Considérant un sol composé d'un squelette solide de grains incompressibles et d'un espace poreux saturé d'eau à pression  $u$ , il s'intéresse à la contrainte effectivement ressentie par le squelette solide  $\sigma_{eff}$  lorsque le sol est soumis à une contrainte moyenne  $\sigma_m$ . En effet c'est le réarrangement du squelette solide qui est responsable des tassements et de la résistance au cisaillement du sol, il est ainsi nécessaire de déterminer la contrainte qu'il subit. Il écrit alors [155] :

$$\sigma_{eff} = \sigma_m - u \quad (1.7)$$

Terzaghi a en effet démontré que si l'on faisait varier la pression moyenne extérieure et la pression des pores de la même quantité, alors l'échantillon de sol ne se déformait pas.

Ensuite, M.A. Biot étend la loi de Hooke (décrivant le comportement linéaire isotrope d'un matériau) aux matériaux poreux, en intégrant à la loi de comportement élastique du milieu la pression de pore  $p$ . Contrairement à Terzaghi, il prend en compte la situation d'un squelette solide compressible. La loi de comportement poro-élastique linéaire isotrope d'un tel milieu, sous l'hypothèse de petites perturbations, est la suivante [18, 37, 46] :

$$\sigma_m = K_b \epsilon_v - b(p - p_0) \quad (1.8)$$

$$\Phi - \Phi_0 = b \epsilon_v + \frac{p - p_0}{N} \quad (1.9)$$

Dans la relation 1.8,  $\sigma_m$  est la contrainte moyenne macroscopique appliquée,  $K_b$  est le module de compressibilité du milieu poreux (dit "bulk modulus"),  $\epsilon_v$  est sa déformation volumique,  $b$  est le coefficient de Biot et  $p - p_0$  la variation de pression de pores. Dans la relation 1.9,  $\Phi - \Phi_0$  est la variation lagrangienne du volume poreux et  $N$  le module de Biot. Le coefficient de Biot  $b$  rend ainsi compte de la part de la pression ressentie par le squelette, la déformation volumique du milieu se déduisant de 1.8 :

$$\epsilon_v = \frac{1}{K_b} (\sigma_m + b(p - p_0)) \quad (1.10)$$

L'équation 1.9 donne la variation de porosité du milieu due à une déformation volumique  $\epsilon_v$  et à la présence d'une pression interstitielle  $p - p_0$ . Par ailleurs, Nur et Byerlee [111] ont montré :

$$b = 1 - \frac{K_b}{K_s} \quad (1.11)$$

où  $K_s$  est le module de compressibilité de la matrice solide. De plus :

$$\frac{1}{N} = \frac{b - \Phi_0}{K_s} \quad (1.12)$$

On observe dans l'expression de  $b$  que si l'on s'intéresse au cas d'un squelette élastiquement incompressible,  $K_s \rightarrow \infty$  et l'on obtient  $b = 1$ , d'où une écriture semblable à la contrainte effective de Terzaghi. L'approche de Biot a ensuite été généralisée au cas de grandeurs tensorielles et couplée à une approche thermodynamique [37] ou micromécanique [46].

### Expériences utiles

Regardons maintenant comment, dans le cadre théorique présenté précédemment, accéder aux différents modules élastiques introduits :  $K_b$  et  $b$  (le module de compressibilité du squelette solide  $K_s$  et le module de Biot  $N$  pouvant se calculer à partir de ces coefficients, voir 1.11 et 1.12).

Supposons que l'on teste expérimentalement un échantillon vu comme un milieu poreux en accord avec la description faite 1.2.1. La relation 1.8 montre que si l'on travaille en condition drainée ( $p - p_0 = \text{cte}$ ), une variation de la contrainte moyenne  $\delta\sigma_m$  engendrera une variation de déformation volumique  $\delta\epsilon_v$ , et que la mesure de ces variations donne alors accès au module  $K_b$  :

$$K_b = \frac{\delta\sigma_m}{\delta\epsilon_v}$$

De même, supposons que l'on travaille à contrainte moyenne fixée  $\sigma_m = \text{cte}$ , une variation de pression interstitielle  $\delta p$  engendre une variation de déformation volumique qui donne accès au coefficient de Biot  $b$ , connaissant le module de compressibilité  $K_b$  :

$$b = \frac{K_b \delta\epsilon_v}{\delta p}$$

Ces deux expériences permettent donc d'accéder, dans le cadre de la théorie des milieux poreux, aux modules introduits. Nous reviendrons par la suite en détail sur la réalisation de ces essais.

Revenons toutefois sur le cadre choisi. Le milieu poreux est vu comme un milieu biphasique, avec un espace poreux connecté et une matrice constituée de pores occlus et d'un squelette solide homogène. On voit alors que ce modèle est une représentation simplifiée des milieux étudiés, les matériaux cimentaires, qui sont comme précisé précédemment des milieux hétérogènes selon les échelles considérées. La notion d'échelle d'observation pour juger de la validité de l'hypothèse d'homogénéité de la phase solide est donc essentielle.

### 1.2.2 Outils de modélisation

Nous présentons ici les outils de modélisation utilisés dans ce travail de thèse. Le travail expérimental envisagé a une vision macroscopique du milieu poreux étudié, basée sur une théorie elle-même macroscopique. Prenons par exemple une pâte de ciment. A l'échelle des expériences que nous avons menées, la pâte est homogène. Or on a bien vu que la pâte était un matériau hétérogène multi-échelle (voir figure 1.6), composé d'hydrates de formes et de dimensions très différentes. Il est ainsi nécessaire d'adopter un point de vue théorique capable de rendre compte de cette hétérogénéité microscopique pour comprendre les phénomènes macroscopiques observés expérimentalement. Nous utiliserons donc la micromécanique appliquée aux milieux aléatoires ainsi que les techniques d'homogénéisation [20, 21, 46, 164]. Nous faisons ici une brève présentation des techniques d'homogénéisation en élasticité linéaire.

#### Le Volume Élémentaire Représentatif V.E.R.

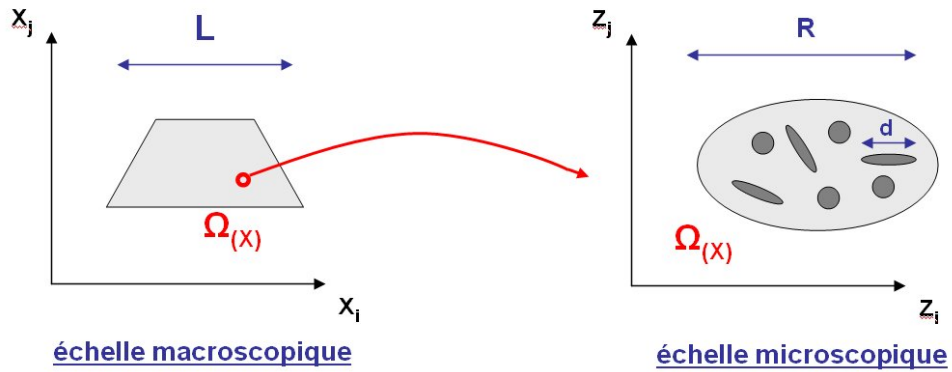


FIGURE 1.12 – Notion de Volume Élémentaire Représentatif et de séparation d'échelle.

L'objectif des techniques d'homogénéisation est de relier propriétés macroscopiques et microscopiques. Intéressons nous à la figure 1.12. Ainsi, considérant un milieu homogène à l'échelle macroscopique ayant une dimension caractéristique  $L$ , on s'intéresse au zoom sur un élément de volume  $\Omega(\mathbf{x})$  au point  $\mathbf{x}$  de ce milieu. Sa dimension caractéristique est  $R$ . Ce volume est hétérogène à l'échelle microscopique, constitué d'éléments de dimension caractéristique  $d$ . Les techniques d'homogénéisation permettent de relier les propriétés mécaniques et de transport de ce volume aux propriétés du milieu macroscopique. Il convient alors de se poser la question du choix de ce volume. Il doit en effet être **représentatif** de la microstructure du milieu étudié. Le VER est justement le plus petit volume à considérer pour qu'une fois le changement d'échelle effectué, les résultats soient représentatifs du comportement du milieu macroscopique. Il doit donc être suffisamment grand pour inclure la diversité d'hétérogénéités de la microstructure, et suffisamment petit pour que la structure macroscopique paraisse bien homogène et que la mécanique des milieux continus s'applique. Il se réduit à un point matériel  $\mathbf{x}$  à l'échelle macroscopique. Il

## 1.2 Approche multi-échelle envisagée

vient la condition de **séparation d'échelle** :

$$d \ll R \ll L$$

La définition précise de ce VER n'est pas toujours évidente, et son existence même peut poser question (cas des microstructures fractales par exemple). Ici, nous ferons l'hypothèse de l'existence de ce VER.

Étant assurés de cette existence, nous supposons que l'hypothèse des petites perturbations (H.P.P.) s'applique aux deux échelles décrites, et que la séparation d'échelle est vérifiée, de sorte que la définition mécanique classique des tenseurs de déformations et de contraintes soit valable. Nous noterons ainsi  $\Sigma$  et  $\mathbf{E}$  respectivement les tenseurs de contraintes et de déformations à l'échelle macroscopique et  $\sigma$  et  $\varepsilon$  leurs homologues microscopiques. Dans la suite nous nous intéressons donc au moyen de relier ces grandeurs.

### Opérateurs de moyenne

Considérons un VER  $\Omega_{(0)}$  centré à l'origine  $O$  de dimension caractéristique  $L$ . On définit la fonction caractéristique  $\chi_{(\mathbf{z})}^0$  de ce VER comme suite :

$$\chi_{(\mathbf{z})}^0 = \begin{cases} 1 & \text{si } \mathbf{z} \text{ appartient à } \Omega_{(0)} \\ 0 & \text{sinon.} \end{cases} \quad (1.13)$$

On peut ensuite, pour tout VER  $\Omega_{(\mathbf{X})}$  de volume  $V$ , définir sa fonction caractéristique à partir de celle du VER centré à l'origine. On a en effet une relation entre les fonctions caractéristiques

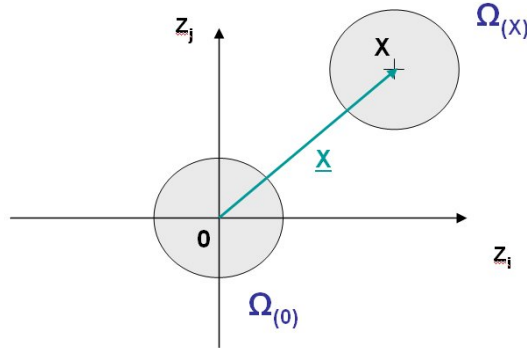


FIGURE 1.13 – Transformation entre les VER centrés en  $\mathbf{X}$  et en l'origine.

des VER représentés sur la figure 1.13, les deux domaines étant l'image l'un de l'autre par une translation de vecteur  $\underline{\mathbf{X}}$ . Ainsi  $\chi_{(\mathbf{z})}^{\mathbf{X}} = \chi_{(\mathbf{z}-\mathbf{X})}^0$ . On définit alors des opérations de moyenne de la quantité  $e$  utiles pour l'homogénéisation :

- moyenne sur tout le VER :

$$\overline{e_{(\mathbf{X})}} = \frac{1}{V} \int_{\Omega_{(\mathbf{X})}} e_{(\mathbf{z})} dV_z = \frac{1}{V} \int \chi_{(\mathbf{z}-\mathbf{X})}^0 e_{(\mathbf{z})} dV_z \quad (1.14)$$

- moyenne apparente de la phase  $i$  du VER :

$$\langle e \rangle_{(\mathbf{X})}^i = \overline{\chi^i e_{(\mathbf{X})}} = \frac{1}{V} \int_{\Omega_{(\mathbf{X})}^i} e_{(\mathbf{z})} dV_z \quad (1.15)$$



- moyenne intrinsèque de la phase  $i$  de volume  $V^i$  du VER :

$$\overline{e(\mathbf{x})}^i = \frac{1}{\varphi_i} \overline{\chi^i e(\mathbf{x})} = \frac{1}{V^i} \int_{\Omega^i(\mathbf{x})} e(\mathbf{z}) dV_z \quad (1.16)$$

où  $\varphi_i = \frac{V^i}{V}$  est la fraction volumique de la phase  $i$  dans le VER considéré.

Il est intéressant aussi de regarder le lien entre les dérivées spatiales par rapport aux variables d'espace  $x_i$  et  $z_i$ . En effet, en faisant le changement de variable  $\mathbf{z} \rightarrow \mathbf{z} + \mathbf{X}$  dans la relation 1.14, on obtient :

$$\overline{e(\mathbf{x})} = \frac{1}{V} \int \chi_{(\mathbf{z})}^0 e_{(\mathbf{z}+\mathbf{X})} dV_z \quad (1.17)$$

et en dérivant par rapport à  $x_i$   $\overline{e(\mathbf{x})}$  :

$$\frac{\partial}{\partial x_i} \overline{e(\mathbf{x})} = \frac{1}{V} \int \chi_{(\mathbf{z})}^0 \frac{\partial}{\partial x_i} (e_{(\mathbf{z}+\mathbf{X})}) dV_z = \frac{1}{V} \int \chi_{(\mathbf{z})}^0 \frac{\partial e}{\partial z_i(\mathbf{z}+\mathbf{X})} dV_z \quad (1.18)$$

Ainsi on obtient :

$$\frac{\partial}{\partial x_i} \overline{e(\mathbf{x})} = \overline{\frac{\partial}{\partial z_i} e(\mathbf{x})} \quad (1.19)$$

Nous allons maintenant utiliser ces relations pour relier les tenseurs de contraintes et de déformations aux deux échelles considérées.

### Homogénéisation des contraintes

On suppose que la structure macroscopique est soumise à un champ de forces macroscopique  $\mathbf{F}(\mathbf{x})$  équilibré par un champ de contraintes macroscopique  $\Sigma(\mathbf{x})$ . De même, on suppose que le VER est soumis à un champ de forces microscopique  $\mathbf{f}(\mathbf{z})$  équilibré par un champ de contraintes microscopique  $\sigma(\mathbf{z})$ . On a déjà :

$$\bar{\mathbf{f}} = \frac{1}{V} \int_{\Omega(\mathbf{x})} \mathbf{f}(\mathbf{z}) dV_z = \mathbf{F} \quad (1.20)$$

Nous appliquons les relations précédentes aux équations d'équilibre aux deux échelles.

- équation d'équilibre macroscopique :  $\text{div}_{\mathbf{X}}(\Sigma) + \mathbf{F} = \frac{\partial \Sigma_{ij}}{\partial x_j} + \mathbf{F}_i = \mathbf{0}$ .
- équation d'équilibre microscopique :  $\text{div}_{\mathbf{z}}(\sigma) + \mathbf{f} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial z_j} + \mathbf{f}_i = \mathbf{0}$ .

On peut prendre la moyenne de l'équation d'équilibre microscopique et utiliser 1.19 et 1.20 :

$$\overline{\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial z_j}} + \mathbf{f}_i = \overline{\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial z_j}} + \bar{\mathbf{f}}_i = \frac{\partial \bar{\sigma}_{ij}}{\partial x_j} + \bar{\mathbf{f}}_i = \frac{\partial \bar{\sigma}_{ij}}{\partial x_j} + \mathbf{F}_i$$

Cela donne donc la **relation de cohérence** :

$$\boxed{\Sigma = \bar{\sigma}} \quad (1.21)$$

On peut montrer que cette relation de cohérence est préservée quand on s'intéresse aux contraintes dans une phase  $i$  du VER [46] :

$$\boxed{\Sigma_i = \langle \sigma \rangle_i} \quad (1.22)$$

On obtient ainsi une règle de moyenne sur les contraintes : la contrainte macroscopique est la moyenne des contraintes microscopiques.

### Interaction fluide solide

Considérons que l'espace poreux est saturé par un fluide newtonien incompressible à pression  $p$ . La loi de comportement d'un tel fluide est la suivante :

$$\begin{cases} \sigma = -p.\mathbf{1} + 2\mu^f \mathbf{d} \\ \text{div}(\mathbf{v}) = 0 \\ \mathbf{d} = \frac{1}{2} (\text{grad}_{\mathbf{z}} \mathbf{v} + \text{grad}_{\mathbf{z}}^t \mathbf{v}) \end{cases} \quad (1.23)$$

où  $\mathbf{1}$  est le tenseur identité d'ordre 2,  $\mathbf{v}$  est la vitesse du fluide et  $\mathbf{d}$  est le tenseur des taux de déformation du fluide. A priori, la pression dans le fluide peut sembler variable. On peut montrer [13, 46] que les fluctuations de la pression au sein du VER sont négligeables, et qu'elle peut s'approcher par la pression moyenne dans le fluide. Par ailleurs, les forces visqueuses sont elles négligeables devant les forces de pression, si bien que l'on peut simplifier l'écriture de la contrainte au sein du fluide :

$$\forall \mathbf{z} \in \Omega^f, \sigma = -P.\mathbf{1} \text{ avec } P = \bar{p}^f \quad (1.24)$$

Considérant un milieu constitué d'une phase solide homogène et de pores saturés d'un fluide à pression  $P$ , la règle de moyenne des contraintes donne :

$$(1 - \varphi_0)\bar{\sigma}^S = \Sigma + \varphi_0 P \mathbf{1} \quad (1.25)$$

où  $\varphi_0$  est la porosité du milieu, c'est à dire sa fraction volumique de pores :  $\varphi_0 = \frac{V_p}{V_t}$  ( $V_p$  est le volume de pores et  $V_t$  le volume total ).

### Conditions aux limites en contraintes sur le VER

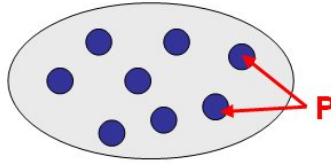


FIGURE 1.14 – VER constitué d'une matrice solide et de pores saturés d'un fluide à pression  $P$ .

Considérons un VER d'un milieu macroscopique soumis à une contrainte macroscopique  $\Sigma$ . Ce VER est soumis à un champ de forces  $\mathbf{f}$ . On peut écrire pour un tel VER (voir figure 1.14) :

$$\begin{cases} \text{div}_{\mathbf{z}}(\sigma) + \mathbf{f} = 0 & \text{sur } \Omega^S \\ \sigma.\underline{n} = -P\underline{n} & \text{sur } I^{fs} \end{cases} \quad (1.26)$$

où  $I^{fs}$  représente la surface d'interface entre le fluide et le solide. L'équation d'équilibre donne alors un ordre de grandeur de la fluctuation au sein du VER  $\delta\sigma$  de la contrainte induite par le champ de forces  $\mathbf{f}$  :  $|\delta\sigma| \simeq R|\mathbf{f}|$  où  $R$  est la dimension caractéristique du VER. Les contraintes macroscopiques ont elles un ordre de grandeur au moins égal à  $L|\mathbf{f}|$ , si bien que l'on peut écrire :

$$\frac{|\delta\sigma|}{\Sigma} \leq \frac{R}{L} \ll 1 \text{ en utilisant 1.2.2}$$

On peut donc négliger à l'échelle du VER les fluctuations de contraintes dues à  $\mathbf{f}$ , et écrire :

$$\boxed{\text{div}_{\mathbf{z}} \sigma = 0} \quad (1.27)$$

Il reste alors à définir les conditions aux limites sur la frontière du VER pour avoir un problème mécanique bien posé. L'idée est de reporter sur la frontière du VER la contrainte macroscopique au point  $\mathbf{X}$  : ce sont des conditions aux limites de type Hashin. A l'échelle du VER, cette contrainte est uniforme, et on peut oublier la dépendance en  $\mathbf{X}$  des grandeurs considérées. Par la suite, les opérateurs de dérivation des champs microscopiques portent implicitement sur les coordonnées microscopiques  $\mathbf{z}$ .

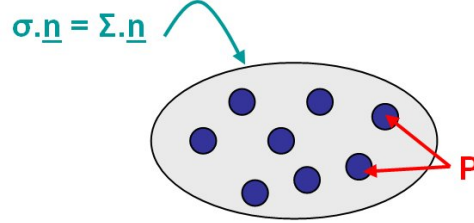


FIGURE 1.15 – Conditions aux limites en contraintes uniformes sur la frontière du VER.

La figure 1.15 résume donc le problème posé, dont on peut donner son écriture mécanique :

$$\begin{cases} \operatorname{div}(\sigma) = 0 & \text{sur } \Omega^S \\ \sigma \cdot \underline{n} = -P \underline{n} & \text{sur } I^{fs} \\ \sigma \cdot \underline{n} = \Sigma \cdot \underline{n} & \text{sur } \partial\Omega \end{cases} \quad (1.28)$$

où  $\partial\Omega$  est le contour du domaine  $\Omega$  du VER. On peut alors vérifier que cette écriture des conditions aux limites satisfait bien à la condition de cohérence 1.21. Une fois ce problème posé, l'enjeu sera alors de remonter au champ de déformation macroscopique à partir du champ de déformation microscopique tiré de la solution du problème 1.28.

### Conditions aux limites en déformations sur le VER

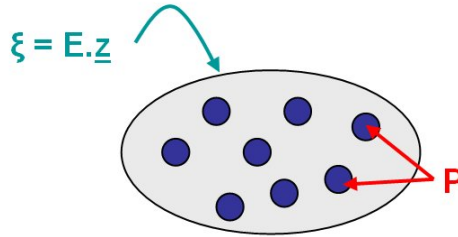


FIGURE 1.16 – Conditions aux limites en déformations uniformes sur la frontière du VER.

$$\begin{cases} \operatorname{div}(\sigma) = 0 & \text{sur } \Omega^S \\ \sigma \cdot \underline{n} = -P \underline{n} & \text{sur } I^{fs} \\ \xi = \mathbf{E} \cdot \underline{z} & \text{sur } \partial\Omega \end{cases} \quad (1.29)$$

où  $\xi$  est le champ de déplacement au sein du VER et  $\mathbf{E}$  le champ de déformation macroscopique au point  $\mathbf{X}$  du VER considéré. Une fois la solution du problème 1.29 déterminée, l'enjeu sera de remonter au champ de contrainte macroscopique par la règle de moyenne 1.21. On peut d'ailleurs écrire une règle de moyenne pour les déformations ayant choisi des conditions aux limites uniformes au contour :

$$\overline{\frac{\xi_i}{\partial z_j}} = \mathbf{E}_{ij} \quad (1.30)$$

## 1.2 Approche multi-échelle envisagée

Toutefois, contrairement à la règle de moyenne sur les contraintes 1.21, la relation 1.30 nécessite des conditions aux limites uniformes en déformations.

### Lemme de Hill

Le Lemme de Hill traduit une condition de cohérence énergétique entre l'énergie microscopique et l'énergie macroscopique. Notant  $\sigma^*$  et  $\varepsilon'$  les champs de contraintes et de déformations microscopiques et  $\Sigma^*$  et  $\mathbf{E}'$  les champs de contraintes et de déformations macroscopiques, la condition de cohérence énergétique s'écrit :

$$\Sigma^* : \mathbf{E}' = \overline{\sigma^* : \varepsilon'} \quad (1.31)$$

c'est à dire que le travail mécanique macroscopique est égal à la moyenne des travaux mécaniques microscopiques.

On peut alors montrer par des considérations énergétiques [20, 46], dans le cadre des conditions aux limites considérées, le **Lemme de Hill** :

$$\boxed{\Sigma^* : \mathbf{E}' = \overline{\sigma^* : \varepsilon'} = \overline{\sigma^*} : \overline{\varepsilon'}} \quad (1.32)$$

et se rappelant la règle de moyenne pour les contraintes 1.21, on obtient alors la règle de moyenne pour les déformations :

$$\boxed{\mathbf{E}' = \overline{\varepsilon'}} \quad (1.33)$$

On a donc à ce stade une règle de moyenne pour les contraintes et les déformations qui relie les grandeurs microscopiques et macroscopiques. Notons que le Lemme de Hill s'applique pour tout champ  $\sigma^*$  statiquement admissible et tout champ  $\varepsilon'$  cinématiquement admissible avec  $\mathbf{E}$ .

### Cas du milieu poreux sec

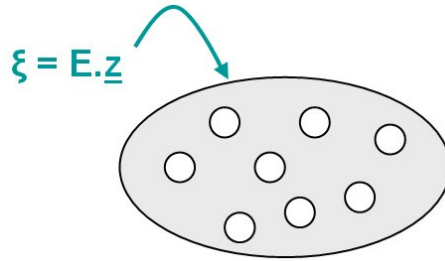


FIGURE 1.17 – Représentation d'un VER d'un milieu poreux sec.

On s'intéresse à un V.E.R. d'un milieu macroscopique homogène. Des conditions au contour homogènes en déformations sont appliquées au contour de ce V.E.R., constitué d'une matrice solide et de pores vides ( figure 1.17). La loi de comportement des phases de ce matériau peut s'écrire :

$$\sigma = \mathbb{C}_{(z)} : \varepsilon \quad (1.34)$$

où  $\mathbb{C}_{(z)}$  est le tenseur des modules d'élasticité locaux ou tenseur de rigidité local. C'est un tenseur d'ordre 4. Il dépend du point du VER considéré. Dans le cas présent, il vaut :

$$\mathbb{C}_{(z)} = \begin{cases} \mathbb{C}_s & \text{dans } \Omega_s \\ \mathbf{0} & \text{dans } \Omega_p \end{cases} \quad (1.35)$$

où  $\Omega_s$  est le domaine solide,  $\Omega_p = \Omega \setminus \Omega_s$  le domaine poreux, et  $\Omega$  le domaine total. La linéarité des équations du problème implique qu'il existe une relation linéaire entre les déformations microscopiques et la déformation macroscopique  $\mathbf{E}$ . On introduit alors le **tenseur de localisation de la déformation** qui relie ces déformations :

$$\varepsilon = \mathbb{A}_{(z)} : \mathbf{E} \quad (1.36)$$

La relation de moyenne sur les déformations 1.33 implique alors que  $\overline{\mathbb{A}} = \mathbb{1}$ , où  $\mathbb{1}$  est le tenseur identité d'ordre 4. On peut alors réécrire la loi de comportement en y intégrant ce tenseur de localisation :

$$\sigma = \mathbb{C}_{(z)} : \mathbb{A}_{(z)} : \varepsilon \quad (1.37)$$

L'écriture de la règle de moyenne des contraintes 1.21 nous donne alors :

$$\Sigma = \overline{\sigma} = \overline{\mathbb{C} : \mathbb{A}} : \mathbf{E} = \mathbb{C}^{hom} : \mathbf{E} \quad (1.38)$$

où  $\mathbb{C}^{hom} = \overline{\mathbb{C} : \mathbb{A}}$  est le tenseur des modules élastiques homogénéisés ou tenseur de rigidité homogénéisé. C'est le tenseur des modules élastiques du milieu macroscopique. Dans le cas d'un biphasé constitué d'une phase solide homogène et de pores, on peut écrire :

$$\mathbb{C}^{hom} = (1 - \varphi_0) \mathbb{C}_s : \overline{\mathbb{A}}^s = \mathbb{C}_s : \left( \mathbb{1} - \varphi_0 \overline{\mathbb{A}}^p \right) \quad (1.39)$$

car  $\overline{\mathbb{A}} = \mathbb{1} = \varphi_0 \overline{\mathbb{A}}^p + (1 - \varphi_0) \overline{\mathbb{A}}^s$ .

De même, si l'on considère des conditions aux limites uniformes en contraintes, la linéarité des équations du problème implique qu'il existe une relation linéaire entre contraintes microscopiques et macroscopiques. On définit de même un **tenseur de localisation des contraintes**  $\mathbb{B}$  tel que :

$$\sigma = \mathbb{B}_{(z)} : \Sigma \quad (1.40)$$

La relation de moyenne sur les contraintes 1.21 implique alors que  $\overline{\mathbb{B}} = \mathbb{1}$ . Écrivant la loi de comportement en utilisant le tenseur des modules de souplesse locaux  $\mathbb{S}_{(z)} : \varepsilon = \mathbb{S}_{(z)} : \sigma$ , on peut calculer le tenseur des modules de souplesse homogénéisés :

$$\mathbf{E} = \overline{\varepsilon} = \overline{\mathbb{S} : \mathbb{B}} : \Sigma = \mathbb{S}^{hom} : \Sigma \quad (1.41)$$

### Démarche d'homogénéisation utilisée

On dispose de relations permettant de calculer les tenseurs homogénéisés à partir de la connaissance des tenseurs locaux. Par exemple, pour calculer le tenseur de rigidité homogénéisé, il est nécessaire d'exprimer le tenseur de localisation  $\mathbb{A}_{(z)}$ . Il est illusoire de tenter de l'exprimer directement au vu de la complexité du problème mécanique à résoudre suivant la variété de microstructures envisagées. De plus, la relation 1.38 indique que, pour calculer  $\mathbb{C}^{hom}$ , la moyenne de  $\mathbb{A}_{(z)}$  par phase suffit. Les techniques d'homogénéisation utilisées dans cette thèse se basent sur une estimation de cette moyenne. Cette estimation exploite la résolution du **problème d'Eshelby** [50]. Eshelby a considéré le problème d'une inhomogénéité plongée dans un milieu infini soumis à des conditions aux limites uniformes en déformation (voir figure 1.18). Une inhomogénéité  $I$  de tenseur de rigidité  $\mathbb{C}_1$  est plongée dans un milieu homogène infini de tenseur de rigidité  $\mathbb{C}_0$  soumis à l'infini à une déformation uniforme  $\mathbf{E}_0$ . Eshelby a donné l'expression des déformations à l'intérieur de l'inhomogénéité dans le cas où  $I$  est ellipsoïdale. Dans ce cas, les déformations sont homogènes dans l'inhomogénéité et s'écrivent :

$$\varepsilon^I = \left( \mathbb{1} + \mathbf{P}_I^0 : \delta \mathbb{C} \right)^{-1} : \mathbf{E} \quad (1.42)$$

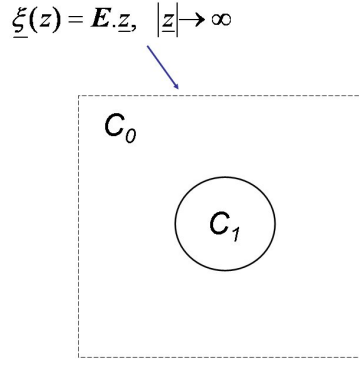


FIGURE 1.18 – Problème d'Eshelby.

où  $\mathbf{P}_I^0$  est le tenseur de Hill. Il est uniforme sur  $I$  quand  $I$  est ellipsoïdale ; il dépend de la forme de  $I$  et de l'élasticité du milieu infini  $\mathbb{C}_0$ . C'est un tenseur d'ordre de 4 dont les composantes valent [20, 46, 50] :

$$\mathbf{P}_{ijkl}^0(\mathbf{z}) = \left[ -\frac{\partial^2}{\partial z_j \partial z_k} \left( \int_I G_{il}(\mathbf{z}-\mathbf{z}') dV_{z'} \right) \right]_{(ij)(kl)} \quad (1.43)$$

où  $G_{il}$  sont les composantes du tenseur de Green en élasticité linéaire. On peut aussi, à partir du tenseur de Hill, définir le tenseur d'Eshelby :  $\mathbb{S}^0 = \mathbf{P}^0 : \mathbb{C}_0$ .

Les techniques d'homogénéisation utilisées dans ce travail sont des schémas d'homogénéisation qui donnent une estimation de la moyenne des tenseurs de localisation par phase en se basant sur la solution du problème d'Eshelby. Un premier schéma que l'on peut présenter est le **schéma dilué**. Supposons que la microstructure du milieu considéré soit composée d'une phase 0 (de fraction volumique  $f_0$ ) et d'une phase inclusionnaire ellipsoïdale 1 (de fraction volumique  $f_1$ ) de sorte que  $f_1 \ll 1$ . On note  $\mathbb{C}_0$  le tenseur de rigidité de la phase 0 et  $\mathbb{C}_1$  celui de la phase 1. Le tenseur de rigidité homogénéisé s'écrit :

$$\mathbb{C}^{hom} = \overline{\mathbb{C}} : \overline{\mathbb{A}} = f_0 \mathbb{C}_0 : \overline{\mathbb{A}}^0 + f_1 \mathbb{C}_1 : \overline{\mathbb{A}}^1 \quad (1.44)$$

ou encore, étant donné que  $\overline{\mathbb{A}} = \mathbb{1} = f_0 \overline{\mathbb{A}}^0 + f_1 \overline{\mathbb{A}}^1$  :

$$\mathbb{C}^{hom} = \mathbb{C}_0 + f_1 \delta \mathbb{C} : \overline{\mathbb{A}}^1 \quad (1.45)$$

où  $\delta \mathbb{C} = \mathbb{C}_1 - \mathbb{C}_0$ . Le calcul de  $\mathbb{C}^{hom}$  ne fait alors intervenir que la moyenne du tenseur de localisation dans la phase 1,  $\overline{\mathbb{A}}^1$ . Ce tenseur de localisation relie les déformations dans la phase 1 aux déformations appliquées sur le VER. Dans le cas d'une concentration très faible d'inclusion, on peut négliger les interactions mécaniques entre inclusions, de sorte que l'on peut approcher la moyenne de la déformation de la phase 1 par la solution du problème d'Eshelby. On obtient alors l'expression dans le cas du schéma dilué de la moyenne du tenseur de localisation des déformations :

$$\overline{\mathbb{A}}^1 \simeq (\mathbb{1} + \mathbf{P} : \delta \mathbb{C})^{-1} \quad (1.46)$$

On se replace dans la situation du milieu poreux sec en supposant que la fraction volumique de pores est très faible, et on utilise l'expression 1.46 pour calculer la moyenne du tenseur de localisation des déformations dans les pores  $\overline{\mathbb{A}}^p$ . La phase solide est supposée élastique linéaire isotrope de tenseur de rigidité  $\mathbb{C}_s$ . Ici on prendra donc  $\mathbb{C}_0 = \mathbb{C}_s$  et  $\mathbb{C}_1 = \mathbf{0}$ . On considèrera des pores sphériques et on utilisera l'expression 1.45 avec pour la phase 0 la phase solide et la phase 1 les pores. Le tenseur de Hill pour une phase inclusionnaire sphérique dans un milieu infini

élastique linéaire isotrope a pour expression :

$$\mathbf{P}_I^s = \frac{\alpha^s}{3k^s} \mathbb{J} + \frac{\beta^s}{2\mu^s} \mathbb{K} \quad (1.47)$$

avec :

$$\alpha^s = \frac{3k^s}{3k^s + 4\mu^s} \quad \text{et} \quad \beta^s = \frac{6(k^s + 2\mu^s)}{5(3k^s + 4\mu^s)} \quad (1.48)$$

où  $k^s$  le module de compressibilité de la phase solide et  $\mu^s$  son module de cisaillement. Par ailleurs,  $\mathbb{J}$  et  $\mathbb{K}$  sont des tenseurs d'ordre 4 qui facilitent les opérations de produit de contraction. En effet :

$$\begin{aligned} \mathbb{1} &= \mathbf{1}_{ijkl} = \frac{1}{2} (\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}) \\ \mathbb{J} &= \mathbf{J}_{ijkl} = \frac{1}{3} \delta_{ij}\delta_{kl} \\ \mathbb{K} &= \mathbb{1} - \mathbb{J} \end{aligned} \quad (1.49)$$

ce qui permet de simplifier les produits de contraction comme suite :

$$\begin{aligned} \mathbb{J} : \mathbb{J} &= \mathbb{J} \\ \mathbb{J} : \mathbb{K} &= \mathbf{0} \\ \mathbb{K} : \mathbb{K} &= \mathbb{K} \end{aligned} \quad (1.50)$$

On peut alors exprimer le tenseur de rigidité d'un matériau  $s$  élastique linéaire isotrope suivant ces tenseurs :

$$\mathbb{C}_s = 3k^s \mathbb{J} + 2\mu^s \mathbb{K} \quad (1.51)$$

On aura ici :

$$\mathbb{C}^{hom} = \mathbb{C}_s - \varphi \mathbb{C}_s : \bar{\mathbf{A}}^p \quad (1.52)$$

L'élasticité homogénéisée sera donc bien elle même linéaire isotrope et :

$$\mathbb{C}^{hom} = 3k^{hom} \mathbb{J} + 2\mu^{hom} \mathbb{K} \quad (1.53)$$

Le calcul nous donne alors l'expression des modules de compressibilité et de cisaillement homogénéisés en fonction de la porosité  $\varphi$  du milieu :

$$\begin{cases} \frac{k^{hom}}{k^s} = 1 - \frac{\varphi}{1 - \alpha^s} \\ \frac{\mu^{hom}}{\mu^s} = 1 - \frac{\varphi}{1 - \beta^s} \end{cases} \quad (1.54)$$

Le résultat du schéma dilué est valable pour de très faibles fractions volumiques d'inclusions (quelques %). Si tel n'est pas le cas, nous verrons que d'autres schémas exploitables existent.

### Efficacité et limites de ces outils

La micromécanique et les techniques d'homogénéisation basées sur la résolution du problème d'Eshelby sont séduisantes de part la possibilité qu'elles offrent de passer d'une échelle à l'autre. Elles peuvent d'ailleurs donner des résultats très satisfaisants pour des matériaux divers. Par exemple, [56] a estimé par homogénéisation la composante  $C_{1111}$  du tenseur des modules élastiques macroscopiques d'un os. La figure 1.20 montre un bon accord entre résultats du modèle et résultats expérimentaux. Ces mêmes techniques appliquées au plâtre ont également donné de bons résultats [133]. On peut en effet constater sur la figure 1.21 que l'estimation du module d'Young du plâtre en considérant sa microstructure constituée d'"aiguilles" de gypse est en bon

## 1.2 Approche multi-échelle envisagée

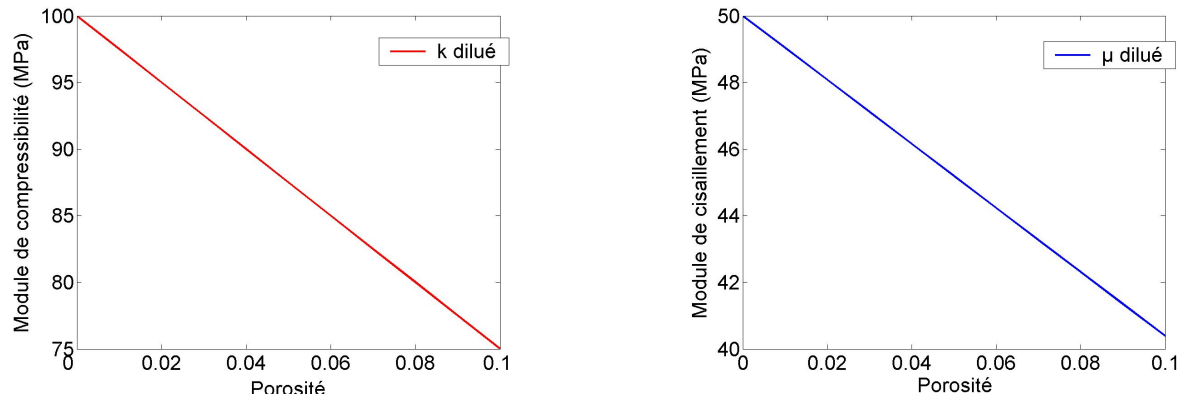


FIGURE 1.19 – Estimations des modules homogénéisés données par le schéma dilué dans le cas d'un matériau composé d'une matrice solide ( avec  $k_s = 100 \text{ MPa}$  et  $\mu_s = 50 \text{ MPa}$  ) et de pores sphériques

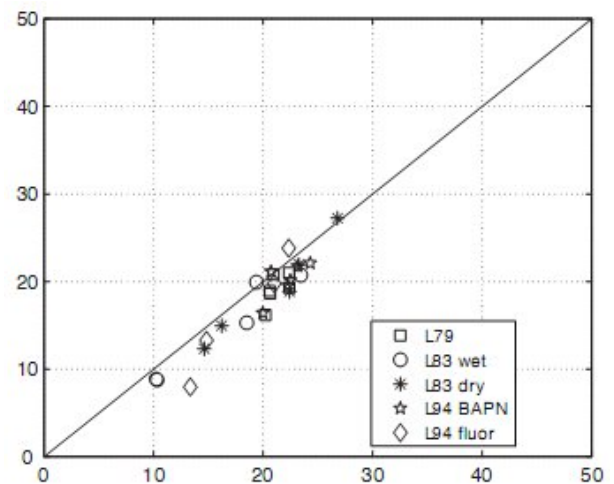
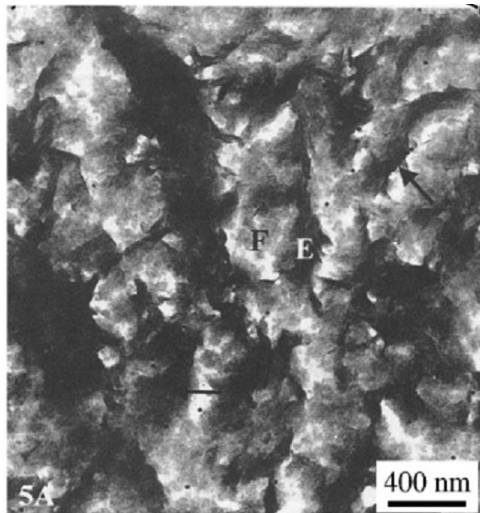


FIGURE 1.20 – A gauche, image MEB de la microstructure d'un os. A droite, comparaison des valeurs expérimentales du module élastique  $C_{1111}$  et de la prédiction du modèle micromécanique [56].



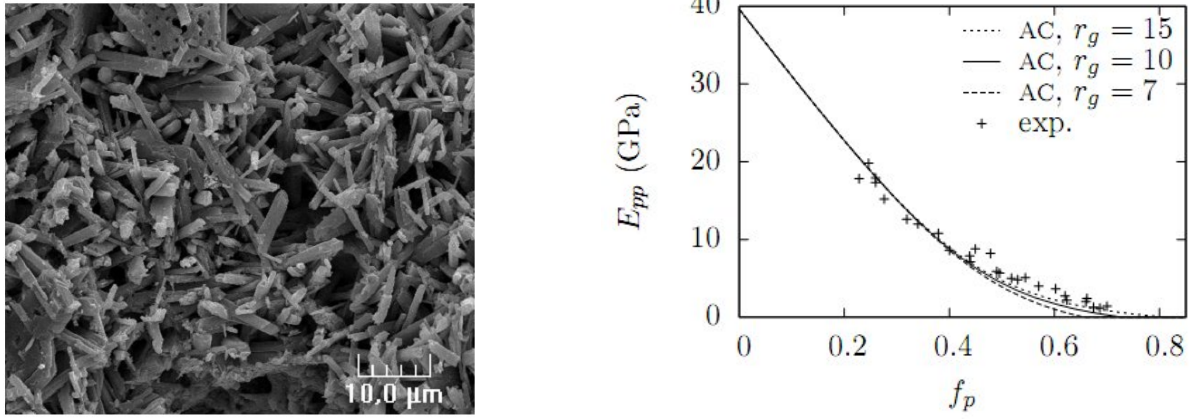


FIGURE 1.21 – A gauche, image MEB de la microstructure de plâtre montrant des cristaux de gypse. A droite, comparaison des valeurs expérimentales du module d'Young et de la prédiction du modèle micromécanique de ce module en fonction de la fraction volumique de pores [133]. Le coefficient  $r_g$  est le rapport d'aspect des cristaux de gypse. Ces cristaux seront d'autant plus allongés que  $r_g$  est grand.

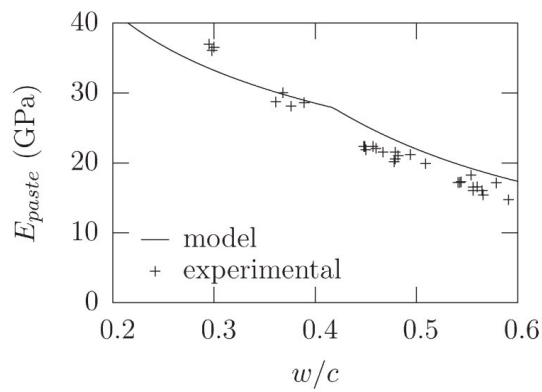


FIGURE 1.22 – Estimation par un schéma d'homogénéisation du module d'Young de la pâte de ciment en fonction de sa porosité [133].

### 1.3 Approche multi-échelle envisagée

accord avec les résultats expérimentaux. Ces mêmes techniques appliquées au ciment cette fois donnent également des résultats satisfaisants, ce qui encourage à les utiliser pour l'étude des matériaux cimentaires [133].

Comme le montre la figure 1.22, ces techniques ont déjà été utilisées avec succès pour l'estimation des propriétés élastiques des matériaux cimentaires. De plus, ces techniques sont non seulement satisfaisantes concernant l'estimation des propriétés élastiques, mais il existe également bon nombre de situations où elles ont montré leur intérêt pour estimer des propriétés de résistance. On peut en effet voir sur la figure 1.23 leur succès dans la modélisation du domaine de résistance d'un grès [48]

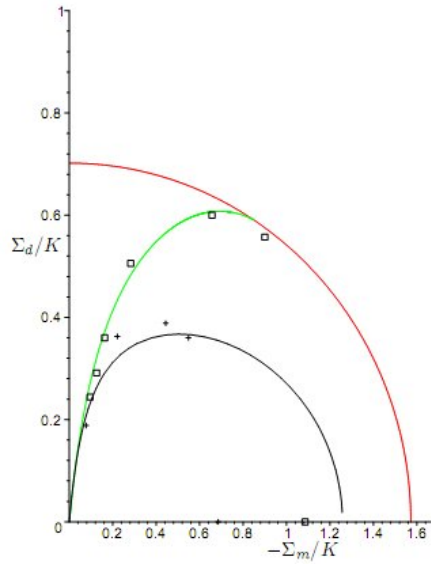


FIGURE 1.23 – Estimation par un schéma d'homogénéisation du domaine de résistance d'un grès [48]. Les courbes représentent des résultats de modélisation et les carrés et croix des points expérimentaux.

Néanmoins, malgré leur simplicité et les possibilités séduisantes qu'elles offrent pour prendre en compte les propriétés de la microstructure des matériaux étudiés, il ne faut pas oublier les limites des techniques d'homogénéisation classiques se basant sur la résolution du problème d'Eshelby. En effet, comme on peut le voir dans les expressions 1.45 et 1.43, les informations microstructurales nécessaires, outre les propriétés mécaniques des phases en présence, sont la fraction volumique et la morphologie de ces phases. La taille des éléments et la distance entre inclusions par exemple n'entrent pas en jeu. D'autres méthodes numériques permettraient de prendre ces informations en compte pour enrichir la modélisation. Toutefois, le caractère analytique des développements permis par les schémas classiques est très confortable pour tester l'influence de certains paramètres, tels la porosité et la forme des éléments.

Aussi, gardant en mémoire les limites des schémas utilisés, ainsi que leurs atouts, on ne cherchera pas à **prédire** et annoncer avec certitude les propriétés macroscopiques attendues. On utilisera plutôt ces schémas pour estimer les propriétés effectives et surtout tester l'influence de paramètres microstructuraux ainsi que pour évaluer la validité de certaines hypothèses portant sur les mécanismes mis en jeu à l'échelle microscopique.

## 1.3 Matériaux utilisés et préparation des échantillons

### 1.3.1 Présentation des matériaux utilisés

#### Pâte de ciment

Le matériau principal choisi pour ce travail de thèse est une pâte de ciment avec deux rapports  $e/c$  différents de 0,3 et 0,5. On fera référence à ces pâtes par la notation Pdc03 et Pdc05. Le ciment utilisé est un ciment Calcia Technocem de type CEM II/B-M (LL-S) 32,5 R CP2 de l'usine Gaurain. C'est un ciment composé constitué de clinker, d'ajouts calcaire et laitiers. Sa composition est donnée dans le tableau suivant :

Constituants	Pourcentage massique (%)
Clinker (K)	69
Laitier (S)	15
Calcaire (L)	16

FIGURE 1.24 – Constituants du ciment utilisé.

On peut préciser la composition du clinker utilisé en fonction des constituants principaux présentés au 1.1.1.

Constituants	Pourcentage massique (%)
$C_3S$	69
$C_2S$	10
$C_3A$	9
$C_4AF$	7

FIGURE 1.25 – Constituants du clinker utilisé.

Deux questions peuvent se poser sur le choix du matériau utilisé :

- **Pourquoi ces deux rapports  $e/c$  ?** L'idée était d'étudier l'effet d'une hétérogénéité supplémentaire dans la pâte de ciment durcie, à savoir la présence de grains anhydres. En effet, comme précisé au 1.1.3, on a vu qu'il existait un rapport  $e/c$  critique de 0,42 pour lequel l'eau est en quantité exacte pour hydrater tous les grains anhydres. Ainsi, on s'attend pour les pâtes d' $e/c = 0,3$  à trouver des grains anhydres, contrairement aux pâtes d' $e/c = 0,5$ . Néanmoins cette hydratation n'est totale qu'asymptotiquement au bout de nombreuses années. Dans le temps de la thèse, même les échantillons de pâte d' $e/c = 0,5$  contiennent encore des grains anhydres. On ne pourra donc pas conclure sur l'influence de la présence ou de l'absence de phases anhydres.
- **Pourquoi un CEM II ?** L'objet de la thèse est de comprendre les mécanismes mis en jeu lors d'une exposition de pâtes de ciment à des hautes températures. Les modèles utilisés prendront en compte une microstructure simplifiée de la pâte, considérant principalement les CSH et la portlandite. Aussi il aurait pu être préférable d'utiliser un ciment CEM I pour s'affranchir de l'effet des ajouts de laitiers et de calcaires. Néanmoins il y a deux réponses à cette question. La première, c'est que nous souhaitons, en vue d'utiliser des techniques de modélisation multi-échelles, bénéficier des résultats expérimentaux d'une thèse effectuée au LML sur l'effet des mêmes températures sur des mortiers composés de ce ciment [30]. La deuxième réponse étant que pour des considérations de développement durable, ces ciments sont voués à être davantage utilisés que des ciments CEM I (comportant plus de 95 % de clinker dont la production est émettrice de gaz à effets de serre). Les résultats expérimentaux obtenus sont donc plus enclins à toucher les applications industrielles mentionnées en introduction.

### 1.3 Matériaux utilisés et préparation des échantillons

#### Mortiers

En plus des résultats expérimentaux sur mortier dont nous disposons [30], nous avons mené des essais sur des mortiers composés du ciment présenté précédemment en faisant varier la fraction volumique de sable. Le sable utilisé est un sable normalisé constitué uniquement de silice de granulométrie fine (avec des grains de 0 à 2 mm). La granulométrie est précisée dans le tableau suivant :

Ouverture des mailles du tamis (mm)	Refus cumulé (% en masse)
0.08	$99 \pm 1$
0.16	$87 \pm 5$
0.50	$67 \pm 5$
1.00	$33 \pm 5$
1.60	$7 \pm 5$
2.00	0

FIGURE 1.26 – Granulométrie du sable utilisé.

On peut observer la courbe donnant le refus cumulé en fonction de l'ouverture des mailles sur la figure 1.27. Une interpolation polynomiale de ce refus permet de donner la taille moyenne

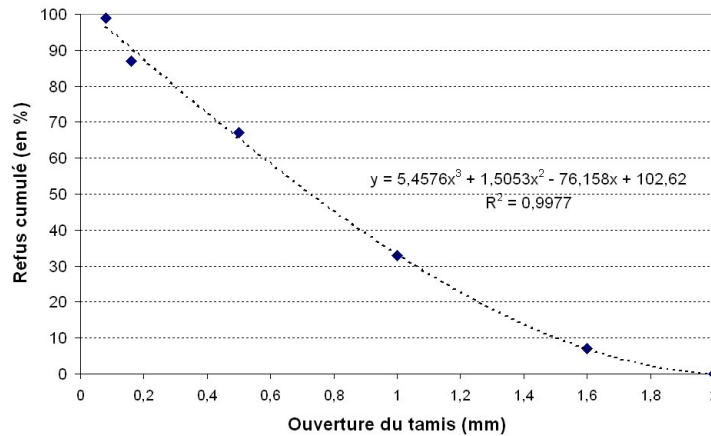


FIGURE 1.27 – Refus de tamisage en fonction de l'ouverture des mailles du tamis.

des grains de sable (correspondant à un refus de 50 %) :  $d_{\text{moy}} = 0,73\text{mm}$ . Nous prendrons donc un rayon moyen des grains de sable  $r_s = 365\mu\text{m}$ .

Nous étudierons 3 fractions volumiques de sable : 15, 30 et 58 %. On fera référence à ces mortiers par la notation M15, M30 et M58 respectivement.

#### Mise en oeuvre

Concernant les pâtes de ciment, le gâchage a été effectué en une demi-journée le 21 octobre 2008 dans un malaxeur de 40 litres (Dito Sama BMX 40). Pour chaque rapport  $e/c$  nous avons coulé 3 éprouvettes cylindriques de 16 cm de diamètre et 20 cm de hauteur environ. Une aiguille vibrante a permis leur mise en place. Directement après le coulage, la surface supérieure des éprouvettes a été protégée par une bâche plastique pour empêcher une dessiccation initiale de la surface en contact avec l'air. Au bout de 48 h, les éprouvettes ont été démoulées et placées dans un bain d'eau thermostatée à  $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  et saturée en chaux. Ceci permet de protéger les éprouvettes des retraits thermiques et endogènes [108, 149]. Par la suite, des carottages d'éprouvettes cylindriques de diamètres 37 mm et 20 mm ont été effectués pour des maturations

supérieures à 3 mois. Ces carottes ont ensuite été tronçonnées pour donner des échantillons cylindriques de la hauteur désirée suivant l'expérience considérée. Le choix de deux diamètres sera explicité dans la partie 1.3.2.

Les mortiers ont eux été gâchés selon la norme *EN196 – 1*.

### 1.3.2 Choix d'un état de référence

Tout comme le travail mené par [30], nous avons étudié l'effet de hautes températures en choisissant un état de référence à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . En effet, toutes les éprouvettes, après carottage et tronçonnage, ont été placées dans une étuve à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  jusqu'à stabilisation de leur masse. La température de  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  représentera donc l'état dit **sain**, que l'on considèrera comme état sec. En effet on supposera, étant donné la faible humidité et la température de l'enceinte, que toute l'eau libre a été évacuée. La perte d'eau des échantillons est mesurée par une balance précise à  $\pm 0,01\text{ g}$ . Ainsi l'effet des hautes températures sera considéré en comparaison avec cet état sain. Le terme de sain ne signifie pas ici que le séchage n'a pas impacté la microstructure, mais seulement que l'échantillon n'a pas subi de traitement thermique autre que le séchage mentionné. D'ailleurs, ce séchage a un effet sur la microstructure des échantillons. Nous avons en effet commencé par carotter des échantillons de 37 mm de diamètre. Le séchage à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  a alors eu comme effet une fissuration en peau, comme le montre la figure 1.28. En effet, du fait



FIGURE 1.28 – Fissuration en peau de deux échantillons de 37 mm de diamètre après séchage à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

de la dimension de l'échantillon, les départs d'eau liés au séchage créent des gradients hydriques qui endommagent l'échantillon.

### 1.3.3 Températures de traitement choisies

#### Analyse thermogravimétrique

L'enjeu de ce travail de thèse est d'étudier l'effet des hautes températures sur les matériaux cimentaires. Comme on l'a dit au 1.1.5, l'eau est présente sous différentes formes dans ces matériaux. Suivant son degré de liaison à la microstructure, elle sera plus ou moins difficile à extraire thermiquement. On peut observer les différents domaines de départ d'eau par des essais d'Analyse ThermoGravimétrique (ATG). Cet essai consiste à mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température. La courbe thermogravimétrique de la pâte de ciment a une allure assez bien définie. On peut l'observer sur la figure 1.29. La courbe classique est celle nommée comme état de référence, qui correspond à un état sec. On peut distinguer sur cette

### 1.3 Matériaux utilisés et préparation des échantillons

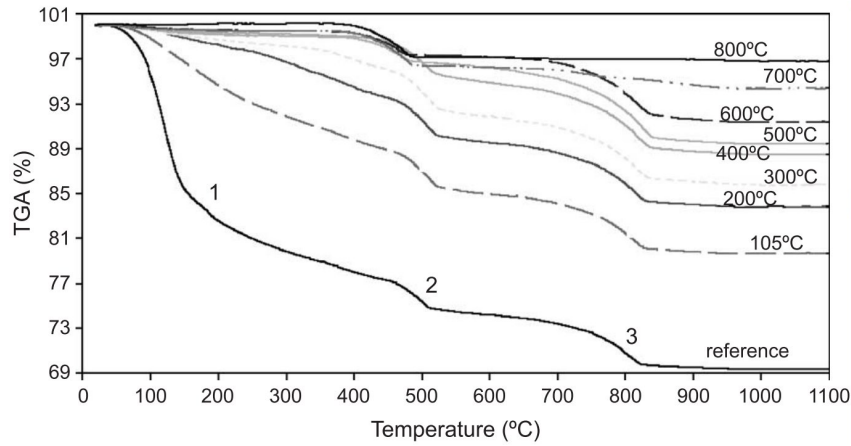
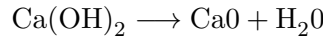


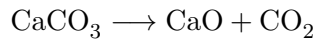
FIGURE 1.29 – Résultats d’ATG sur pâtes de ciment en fonction de la température d’exposition. L’état de référence est l’état sec [10].

courbe plusieurs parties. Les mécanismes majeurs liés à l’augmentation de la température sont les suivants [8, 10, 28, 84, 108, 110, 113, 149] :

- **entre 30 et 120 °C** : l’eau libre est évacuée. De plus, l’ettringite et les monosulfoaluminates ( $AF_m$ ) se déshydratent entre 70 et 110 °C [73, 100, 165].
- **entre 150-180 et 400 °C** : les CSH se déshydratent et libèrent une partie des molécules d’eau faisant partie de leur composition.
- **entre 450 et 550 °C** : la portlandite se décompose en chaux libre, selon la réaction :



- **entre 600 et 700 °C** : une deuxième décomposition des CSH a lieu formant un produit semblable aux silicates bicalciques.
- **entre 700 et 900 °C** : le carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  se décompose, selon la réaction :



On peut observer certains de ces mécanismes sur la figure 1.30, notamment la déshydratation progressive des CSH, la décomposition de l’ettringite avant 100 °C et celle de la portlandite. Bien entendu, étant donné la complexité et l’hétérogénéité des composants de la microstructure, ces intervalles de température ne sont pas figés et les réactions de déshydratation sont complexes. Par exemple, on considère en général que la portlandite ne se déshydrate pas avant 450 °C. Or on peut observer sur la figure 1.31 qu’il y a une légère diminution de la portlandite avant cette température. Les scénarios de déshydratation présentés sont donc une simplification de la réalité.

Dans ce travail, tout comme dans [30], la température maximale d’étude sera de 400 °C. On s’intéresse donc à l’effet de la déshydratation des CSH, phase majoritaire de la pâte de ciment et acteur principal de ses propriétés mécaniques. Par ailleurs, comme expliqué précédemment, on considèrera que dans cette gamme de température la portlandite n’est pas affectée. Nous avons effectué des essais d’ATG sur des échantillons de pâte de ciment de 50 à 100 mg réduits en poudre. Ces poudres sont introduites dans la nacelle d’une micro-thermobalance SETARAM<sup>TM</sup> et chauffées jusqu’à 800°C avec une cinétique de chauffe de 300°C/h (soit 5°C/mn). La méthode

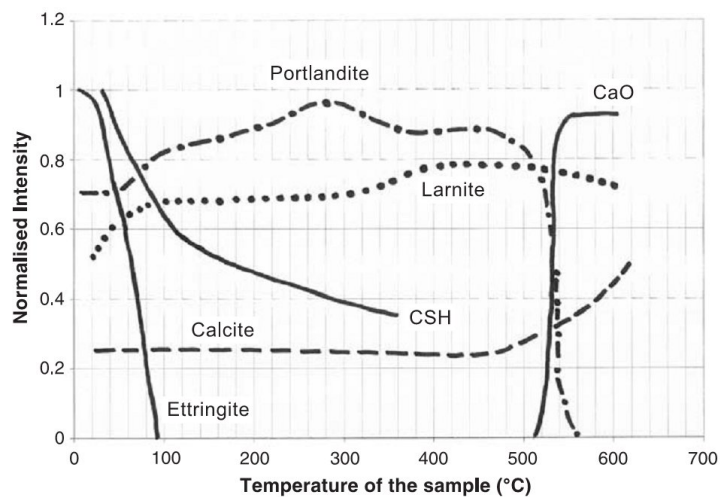


FIGURE 1.30 – Résultats d’essais de diffraction aux neutrons donnant l’évolution de l’intensité normalisée (normalisation par la valeur initiale) en fonction de la température [28].

Temperature (°C)	Ca(OH) <sub>2</sub> content (%)	
	Surface	Core
Ambient	6.01	6.04
100	6.01	6.04
200	6.00	6.04
300	5.14	5.97
400	4.39	4.80
500	2.52	4.52
600	1.86	4.09
700	1.27	3.20
800	nil	2.67
900	nil	0.08
1000	nil	nil

FIGURE 1.31 – Évolution de la teneur en portlandite d’un mortier en fonction de sa température d’exposition [71].

### 1.3 Matériaux utilisés et préparation des échantillons

de chauffage est dynamique car on ne laisse pas de temps de stabilisation lorsqu'une réaction chimique commence : on chauffe en continu, à vitesse constante, la masse et la température étant relevées en continu avec une fréquence de 1 Hz. On exprime alors la perte de masse en pourcentage de masse de ciment dans l'échantillon :  $\%m = 100 \cdot \left(1 - \frac{(m(t) - m_0) \cdot (1 + e/c)}{m_0}\right)$ , où  $m_0$  est la masse initiale de la poudre,  $m(t)$  sa masse au temps  $t$ ,  $e/c$  le rapport massique eau/ciment.

#### Traitements thermiques

Les températures d'étude  $T$  choisies sont 105, 200, 300 et 400 °C. Pour chaque température cible, les échantillons ont subi un cycle de chauffage/refroidissement. On parlera de **traitement thermique**. La température  $T$  correspond à la température maximale atteinte lors de ce cycle. La cinétique de chauffage/refroidissement a été prise constante et égale pour toutes les températures cibles. Cette vitesse de montée/descente en température a été prise assez faible pour considérer que la température des échantillons reste uniforme, ou du moins que les gradients thermiques entre le cœur et la surface extérieure des échantillons sont négligeables. En s'inspirant des expériences de [30, 62, 101], nous avons utilisé une cinétique de 20 °C/h. De plus, une fois la température maximale atteinte, nous avons choisi de la maintenir pendant 1 heure avant d'amorcer le refroidissement, afin de s'assurer davantage du caractère uniforme de la température dans les échantillons. La procédure est résumée sur la figure 1.32. Elle a été effectuée en utilisant un four programmable Nabertherm<sup>TM</sup>, modèle LH 60/12, N° 181970.

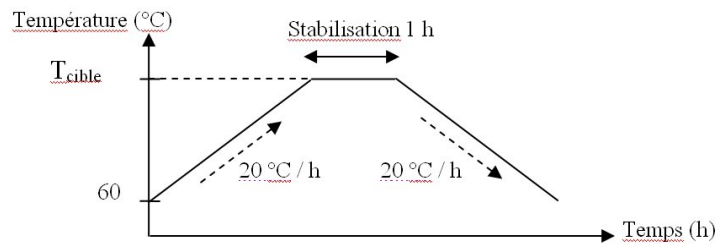


FIGURE 1.32 – Procédure de chauffage/refroidissement choisie.

Revenons alors sur le choix de l'état de référence 1.3.2. Cet état a été dit sain en comparaison aux états des échantillons traités thermiquement. Nous intéressant principalement à l'effet de la déshydratation des CSH, nous avons vérifié que les CSH n'étaient pas affectés par l'état de référence choisi, à savoir un séchage à 60 °C. Pour cela nous avons effectué des essais d'ATG sur un échantillon séché à 60 °C et un échantillon non-sec, sortant du bain d'eau. Le résultat de ces essais est représenté sur la figure 1.33. Ces deux courbes montrent l'évolution de la grandeur  $\frac{\text{masse}}{\text{masse initiale}}$  en fonction de la température. On observe que les différences entre les 2 courbes se situent au niveau de la perte de masse avant 200 °C, c'est à dire concernant l'eau faiblement liée, voire libre. On remarque notamment sur la figure 1.34 que la même courbe mais normalisée par la masse à 200 °C montre que les phases se déshydratant entre 200 et 400 °C, les CSH, ne sont donc pas affectées par le séchage. Cela justifie donc bien le terme de *sain* de l'état de référence.

## Conclusions du chapitre

Dans ce premier chapitre, nous avons présenté les matériaux cimentaires, objet de cette étude. Nous nous sommes notamment intéressés à la composition de ces matériaux, et principalement leur microstructure et leur caractère multi-échelle, aussi bien pour la phase solide que pour la porosité. Ce caractère multi-échelle justifie ainsi les méthodes expérimentales utilisées et



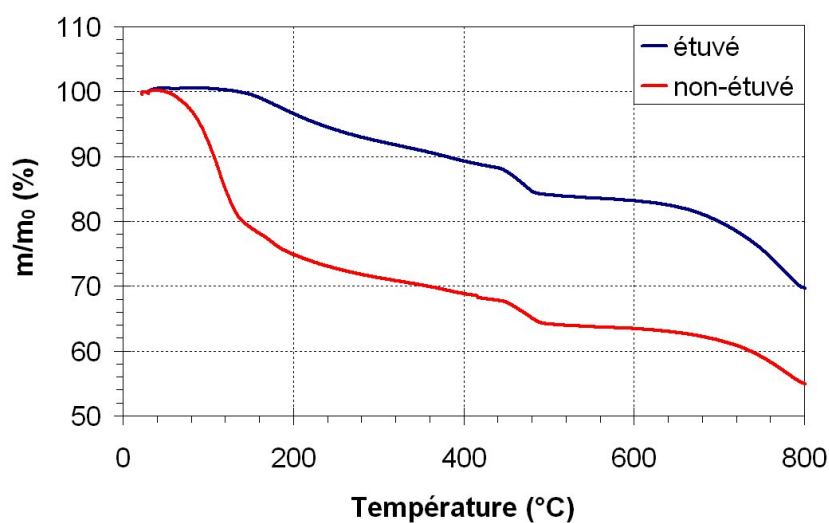


FIGURE 1.33 – Résultats d'ATG pour deux échantillons de pâte de ciment à  $e/c$  0.5, un étuvé (séché à 60 °C), et l'autre non étuvé (état saturé, correspondant à la sortie du bain d'eau).

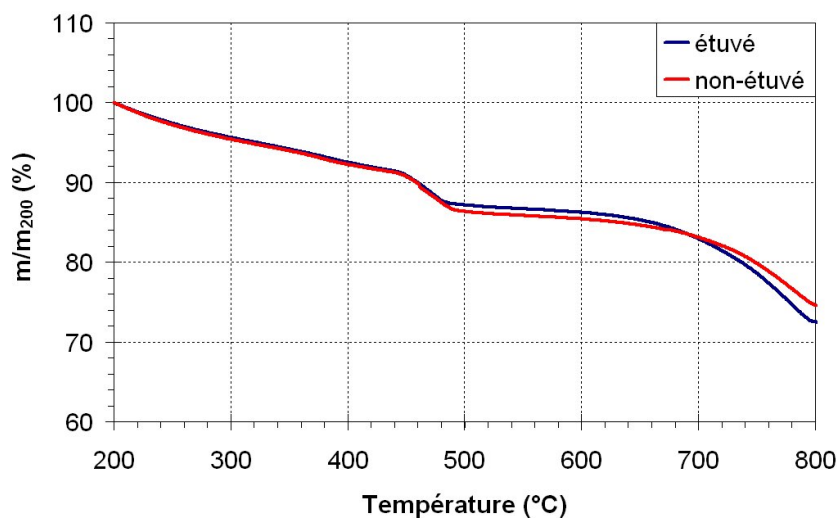


FIGURE 1.34 – Résultats d'ATG pour deux échantillons de pâte de ciment à  $e/c$  0.5, un étuvé (séché à 60 °C), et l'autre non étuvé (état saturé, correspondant à la sortie du bain d'eau), normalisés par la masse à 200 °C.

### 1.3 Matériaux utilisés et préparation des échantillons

---

l'utilisation de la micromécanique en vue de passer d'une échelle à l'autre. Par ailleurs, l'enjeu de ce travail étant l'étude de l'effet des hautes températures, nous avons présenté l'état de référence choisi, un séchage à  $60^{\circ}C$ , ainsi que la procédure des traitements thermiques effectués. Les chapitres suivants vont s'attacher à utiliser les techniques présentées pour étudier l'effet de la température sur les propriétés mécaniques et de transport de ces matériaux.



Première partie

Propriétés mécaniques et de  
transport des matériaux cimentaires  
secs



## Chapitre 2

# Propriétés élastiques de composites cimentaires secs

*Ce chapitre présente l'application des techniques expérimentales et de modélisation utilisées pour la caractérisation mécanique des mortiers et bétons. L'état de référence choisi étant un état séché à 60°C (voir 1.3.2), on s'intéresse plus particulièrement dans ce chapitre aux propriétés élastiques des matériaux composites cimentaires secs.*

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Mesure macroscopique des propriétés élastiques du mortier . . . . .</b>	<b>42</b>
2.1.1	L'essai de compression uni-axiale . . . . .	42
2.1.2	L'essai de compression hydrostatique . . . . .	45
<b>2.2</b>	<b>Résultats expérimentaux sur mortier . . . . .</b>	<b>47</b>
2.2.1	Résultats sur le mortier M58 . . . . .	47
2.2.2	Influence de la fraction volumique de sable . . . . .	48
<b>2.3</b>	<b>Séchage des mortiers et bétons : conséquences mécaniques . . . . .</b>	<b>48</b>
2.3.1	Mécanismes de séchage . . . . .	49
2.3.2	Variations dimensionnelles . . . . .	49
2.3.3	Effets mécaniques du séchage . . . . .	50
<b>2.4</b>	<b>Estimation des propriétés élastiques du mortier . . . . .</b>	<b>52</b>
2.4.1	Le schéma de Mori-Tanaka . . . . .	52
2.4.2	Application au milieu poreux . . . . .	54
2.4.3	Application à l'estimation des modules élastiques . . . . .	55
2.4.4	ITZ et homogénéisation : modèle de double inclusion . . . . .	59
2.4.5	ITZ et homogénéisation : modèle avec interfaces imparfaites . . . . .	62
2.4.6	Coefficient de Biot homogénéisé . . . . .	63
<b>2.5</b>	<b>Application au mortier étudié . . . . .</b>	<b>67</b>
2.5.1	Estimation des propriétés élastiques . . . . .	67
2.5.2	Estimation du coefficient de Biot . . . . .	67
2.5.3	Influence de la fraction volumique de sable . . . . .	70
2.5.4	Commentaires sur les modélisations réalisées . . . . .	72

---

Commençons donc tout d'abord par nous intéresser aux matériaux de type mortiers et bétons, mélanges de ciment et de granulats. Nous nous intéresserons plus particulièrement à la mesure macroscopique des propriétés mécaniques de mortiers secs. On s'attardera davantage sur les techniques utilisées dans ce travail de thèse - techniques utilisées au Laboratoire de Mécanique de Lille (LML) - ainsi que sur les résultats obtenus dans une précédente thèse dans ce même laboratoire [30]. Enfin nous tenterons d'estimer par des schémas d'homogénéisation issus de la micromécanique ces mêmes propriétés.

## 2.1 Mesure macroscopique des propriétés élastiques du mortier

Nous présentons ici les techniques et le matériel expérimental qui ont été utilisés au Laboratoire de Mécanique de Lille pour mesurer les propriétés élastiques des échantillons étudiés, dans ce travail de thèse comme dans [30].

### 2.1.1 L'essai de compression uni-axiale

L'essai de compression uni-axiale, ou encore essai de compression simple, consiste à mesurer la déformation d'un échantillon quand on le comprime dans une direction donnée. Cet essai a été réalisé en utilisant une presse mécanique Instron<sup>TM</sup> disposant d'un capteur d'effort d'une capacité de 500 kN. Les échantillons de mortiers testés sont cylindriques, de diamètre 37 mm et de 74 mm de hauteur dans [30]. Une rotule est placée entre le plateau mobile supérieur de la presse et la surface supérieure de l'échantillon pour réduire les effets de flexion parasite dus aux défauts de parallélisme des échantillons. On pilote l'essai en déplacement avec une vitesse de descente du plateau supérieur de  $2 \mu\text{m/s}$ . On considère que le matériau est élastique linéaire isotrope, si bien que son comportement mécanique est donné par 2 coefficients élastiques : son module d'Young  $E$  et son coefficient de Poisson  $\nu$ , ou par ses coefficients de Lamé  $\lambda$  et  $\mu$ . La loi de comportement d'un tel matériau s'écrit :

$$\sigma = \lambda \text{Tr}(\varepsilon)\mathbf{1} + 2\mu \varepsilon \quad (2.1)$$

ou encore :

$$\varepsilon = \frac{1 + \nu}{E} \sigma - \frac{\nu}{E} \text{Tr}(\sigma)\mathbf{1} \quad (2.2)$$

où la trace d'un tenseur du deuxième ordre  $\mathbf{T}$  s'écrit :  $\text{Tr}(T) = \sum_{i,j} T_{ij}$ . Ainsi, considérant un essai uni-axial vertical, et considérant que la direction verticale est la direction 3 de l'espace, on peut écrire la forme du tenseur des contraintes engendrées par l'effort vertical  $F$  du plateau :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

avec  $\sigma = \frac{F}{S}$  est la composante 33 du tenseur des contraintes ( $S$  est la section de l'échantillon). Ainsi, le tenseur des déformations pour une telle sollicitation s'écrit :

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} -\frac{\nu}{E}\sigma & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{\nu}{E}\sigma & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\sigma}{E} \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

Ainsi, l'utilisation de jauges de déformations placées selon la direction verticale (jauges de déformations dites longitudinales) nous donnera la valeur de  $\varepsilon_{33}$ , et connaissant  $F$ , on pourra déterminer le module d'Young. Des jauges de déformations transversales donneront accès aux termes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{22}$ , et donc après détermination du module d'Young, au coefficient de Poisson. Il

## 2.1 Mesure macroscopique des propriétés élastiques du mortier

faut noter que l'état de contrainte précédemment exprimé est valable loin des zones d'application des efforts (Principe de Saint Venant). C'est pourquoi les échantillons utilisés en compression simple doivent avoir un élancement (diamètre/hauteur) minimal autour de 2. Les mesures de déformations se font alors dans la zone centrale de l'échantillon. Par ailleurs, il est possible, en lieu et place des jauges, d'utiliser des capteurs de déplacement de type LVDT (Miniature Spring Return Gauging LVDT Displacement Transducer, référence D6/01000A, marque RDP). Ce dispositif (voir figure 2.1) est constitué de quatre capteurs de déplacement d'une course efficace de 1 mm disposés longitudinalement entre deux colliers fixés sur l'échantillon par des vis plastiques. Les colliers sont situés de part et d'autre de la zone centrale de l'échantillon, espacés initialement de  $L_0 = 30mm$ . L'extrémité de chaque capteur repose sur le collier inférieur et permet de mesurer le déplacement longitudinal entre les colliers, et de remonter ainsi à la déformation longitudinale  $\varepsilon_L$  de l'éprouvette par :  $\varepsilon_L = \Delta L / L_0$ , où  $\Delta L$  est la moyenne des déplacements données par les quatre capteurs. La valeur donnée par le capteur de force et les mesures faites

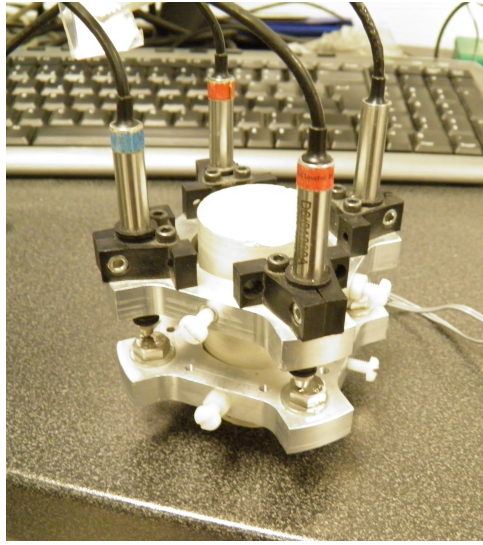


FIGURE 2.1 – Dispositif de LVDT utilisé en compression simple.

par les LVDT et/ou les capteurs de déformation sont relevées via un conditionneur de signal (National Instruments<sup>TM</sup>) qui transmet les données à un ordinateur via une carte d'acquisition (National Instruments<sup>TM</sup>) où elles sont enregistrées au moyen du logiciel Labview<sup>TM</sup> (voir figure 2.2). La mesure du module d'Young est faite après trois cycles de charge/décharge entre 10 MPa et 2 MPa. Le module d'Young est calculé lors de la troisième décharge par régression linéaire de la courbe contrainte - déformation lors de cette décharge. On obtient les modules élastiques comme suite :

$$\begin{cases} E &= \frac{\Delta \sigma_L}{\Delta \varepsilon_L} \\ \nu &= -\frac{\Delta \varepsilon_T}{\Delta \varepsilon_L} \end{cases} \quad (2.5)$$

où  $\sigma_L$  est la contrainte longitudinale (la contrainte axiale 33),  $\varepsilon_L$  la déformation axiale associée et  $\varepsilon_T = \varepsilon_{11} = \varepsilon_{22}$  la déformation transverse. Le bon accord entre les résultats donnés par les LVDT et par les jauges de déformation a été vérifié dans [30] comme on peut le voir sur la figure 2.3.



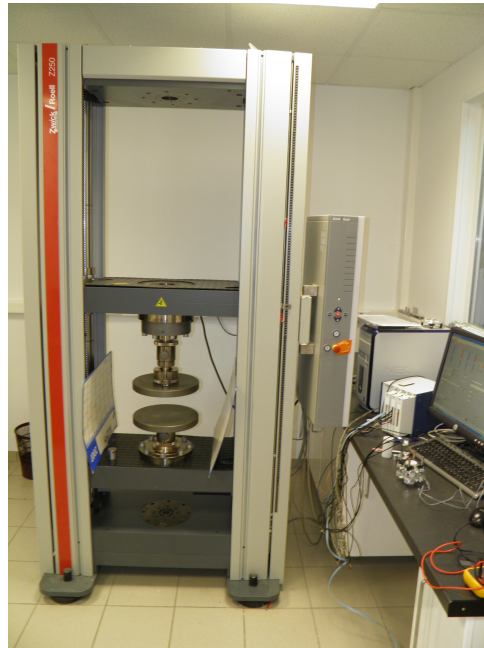


FIGURE 2.2 – Dispositif expérimental pour les essais de compression simple, avec la presse Zwick 250 kN et le système d'acquisition utilisés.

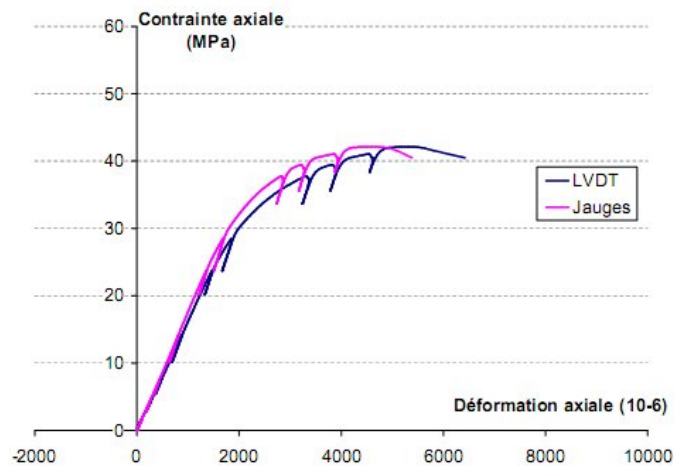


FIGURE 2.3 – Comparaison des résultats obtenus lors d'un essai de compression simple sur mortier en utilisant des jauges de déformation et des LVDT [30].

### 2.1.2 L'essai de compression hydrostatique

L'essai de compression hydrostatique a été utilisé pour déterminer les propriétés poro-élastiques de matériaux cimentaires. Cet essai exploite ce qui a été exposé au 1.2.1 et suppose donc que le matériau est homogène élastique linéaire isotrope. En effet nous avons vu qu'alors certains trajets de chargement permettent d'accéder aux modules poro-élastiques  $K_b$ ,  $K_s$  et  $b$ . Pour réaliser ces chargements, nous utilisons une cellule hydrostatique en acier d'une capacité de 60 MPa. Cette cellule (voir figure 2.4) est constituée d'embases inférieure et supérieure, d'un fût, de tirants et d'une tige de drainage. L'embase inférieure est également équipée d'une circulation de gaz pour injecter un gaz interstitiel. L'étanchéité entre les surfaces inférieure et supérieure de

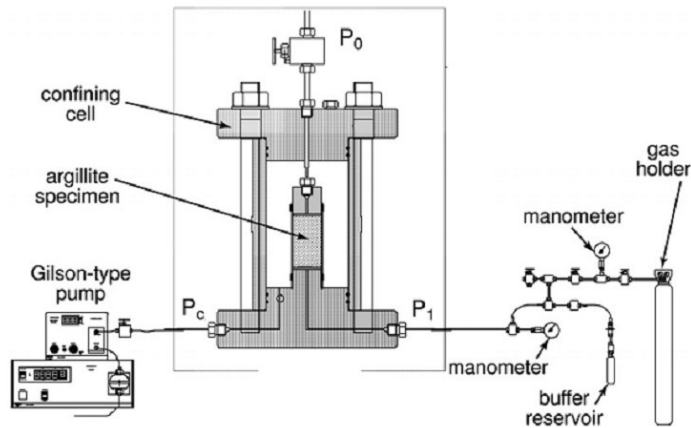


FIGURE 2.4 – Cellule hydrostatique utilisée pour les essais poro-mécaniques [93].

l'échantillon avec les éléments de la cellule ainsi que la protection des câbles de jauges lors du montage sont assurées soit par une couche de Latex, soit par un mastic acrylique. L'échantillon est ensuite enveloppé d'une jaquette en Viton<sup>TM</sup> en vue de le protéger du fluide (de l'huile) qui remplira la cellule. Une fois l'échantillon ainsi placé, le fût métallique est installé. On verse alors de l'huile hydraulique (HF95Y Enerpac ®). Enfin, la cellule est fermée par la mise en place de l'embase supérieure sur le fût assurée par 8 tirants. Avant de boucher la sortie d'huile, on évacue l'air résiduel au moyen d'une pompe à main. On peut dès lors appliquer une pression de confinement  $P_c$  à l'échantillon en augmentant la pression de l'huile, de sorte que la contrainte moyenne macroscopique  $\sigma_m$  appliquée à l'échantillon, que l'on trouve dans l'équation 1.8, est égale à  $-P_c$ . Pour cela nous utilisons soit une pompe manuelle (Enerpac ®), soit une pompe automatisée (Gilson ®) d'une capacité de 600 bars avec une précision de 1 bar. Un manomètre numérique Kobold MAN-SD de classe de précision 0.5 (une précision de 0.5 % de la pleine échelle, soit 3 bars ici) avec une échelle de mesure de -1 à 600 bars est disposé au niveau de l'embase inférieure pour donner la valeur de la pression de confinement. L'erreur de mesure sur la pression est estimée à 1 %, et les jauges de déformation ont une précision de  $10^{-6}$ , si bien que l'erreur de mesure sur les modules poro-élastiques sera estimée à 3 %.

**Mesure du module de compressibilité du milieu poreux  $K_b$**  : l'essai consiste à faire varier la pression de confinement en maintenant la pression interstitielle  $P_i$  (ou pression de pores) constante, soit en conditions drainées (la pression interstitielle est égale à la pression atmosphérique) ou non (on applique une pression interstitielle de gaz). La mesure du module est faite après une décharge  $\Delta P_c$  en mesurant la variation de déformation volumique  $\Delta \varepsilon_v$  que

cette décharge provoque. On aura alors :

$$K_b = -\frac{\Delta P_c}{\Delta \varepsilon_v} \quad (2.6)$$

La déformation volumique est donnée par 4 jauges de déformations disposées comme pour l'essai de compression simple (2 longitudinales et 2 transversales). Leur valeur est relevée via une carte d'acquisition (National Instruments<sup>TM</sup> PCI 6221) et l'enregistrement des données se fait par le logiciel Labview ®(National Instruments<sup>TM</sup>). L'hypothèse d'isotropie du matériau implique que la déformation volumique est donnée par la moyenne des valeurs de déformation des jauges  $\varepsilon_i$  :  $\varepsilon_v = Tr(\varepsilon) = 3\frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4}{4}$ . Pour maintenir la pression interstitielle constante, les essais ont été réalisés en conditions drainées : l'échantillon est librement drainé à ses deux extrémités, de sorte que la pression interstitielle reste égale à la pression atmosphérique. La mesure de  $K_b$  est ainsi effectuée à différents niveaux de confinement par une décharge  $\Delta P_c = -5MPa$  dans [30], et  $\Delta P_c = -3MPa$  dans ce travail. Cette décharge doit en effet être suffisamment faible pour la considérer linéaire : seule de l'énergie élastique stockée lors du chargement par l'échantillon est libérée lors de la décharge. L'influence du confinement sur la valeur de  $K_b$  permet de rendre compte d'un phénomène d'ouverture/fermeture de fissures.

**Mesure du module de compressibilité de la matrice solide  $K_s$**  : une méthode expérimentale pour déterminer le module  $K_s$  peut être de faire varier la pression de confinement et la pression interstitielle d'une même valeur ( $\Delta P_c = \Delta P_i$ ), de sorte que la déformation volumique mesurée  $\Delta \varepsilon_v$  est égale à la déformation volumique du squelette solide  $\Delta \varepsilon_v^s$  [37]. Le module de compressibilité de la matrice solide est alors donné par :

$$K_s = -\frac{\Delta P_c = \Delta P_i}{\Delta \varepsilon_v = \Delta \varepsilon_s} \quad (2.7)$$

Néanmoins cette technique est difficile à mettre en place expérimentalement, car elle nécessite de contrôler précisément et simultanément la variation de pression d'huile et celle de gaz. Ainsi l'essai par changement de pression de pore [143] est préféré. Cet essai consiste, pour un niveau de confinement donné  $P_{bd}$ , à appliquer une surpression interstitielle  $\Delta P_i \leq |\Delta P_c|$ . Il est réalisé après avoir fait la mesure de  $K_{bd}$  à ce niveau de confinement par une décharge  $\Delta P_c$  et après avoir mesuré la déformation volumique  $\varepsilon_{v1}$  due à la charge  $-\Delta P_c$  pour revenir à  $P_{bd}$ . Cela conduit à une déformation volumique  $\Delta \varepsilon_{v2}$  qui varie linéairement avec  $\Delta P_i$ , de sorte que l'on peut définir un module  $H$  les reliant :

$$\Delta \varepsilon_{v2} = \frac{\Delta P_i}{H} \quad (2.8)$$

On suppose que la linéarité de la déformation volumique suite à ce chargement en pression de pores reste valable même pour  $\Delta P_i = -\Delta P_c$ , ce qui nous permet d'écrire la déformation volumique due à ces deux chargements comme suite :

$$\Delta \varepsilon_v = \Delta \varepsilon_{v1} + \Delta \varepsilon_{v2} = \frac{-\Delta P_c}{K_b} + \frac{\Delta P_i}{H} = -\frac{\Delta P_i = \Delta P_c}{K_s} \quad (2.9)$$

si bien que, en supposant que le module de compressibilité  $K_{bd}$  est constant sur l'intervalle  $[P_{bd} + \Delta P_c; P_{bd}]$ , il est possible de calculer  $K_s$  :

$$\frac{1}{K_s} = \frac{1}{K_{bd}} - \frac{1}{H} \quad (2.10)$$

Le module  $H$  est obtenu en injectant du gaz Argon dans le circuit interstitiel de la cellule hydrostatique et la mesure est effectuée après stabilisation de cette pression. Le choix du fluide

## 2.2 Résultats expérimentaux sur mortier

saturant l'espace poreux a été porté sur le gaz Argon pour sa meilleure pénétration des réseaux poreux en comparaison aux liquides, et pour son caractère inerte vis à vis des matériaux cimentaires, contrairement à l'eau.

Une fois les modules  $K_b$  et  $H$  mesurés, on peut donc calculer le module  $K_s$  et le coefficient de Biot par la relation 1.11. On peut aussi directement déterminer le coefficient de Biot à partir de la mesure de la déformation volumique due à une variation de pression interstitielle à confinement constant (soit la deuxième étape de la procédure précédente), par :

$$b = K_b \frac{\Delta \varepsilon_v}{\Delta P_i} \quad (2.11)$$

## 2.2 Résultats expérimentaux sur mortier

### 2.2.1 Résultats sur le mortier M58

Nous présentons ici les résultats obtenus dans [30] sur des mortiers réalisés avec le même ciment en utilisant un rapport  $e/c$  de 0.5 et un sable normalisé comme décrit au 1.3.1. Les essais menés sont ceux présentés précédemment. Les modules de compressibilité obtenus pour ce mortier *intact* (c'est à dire séché à  $60^\circ C$ ) sont résumés sur la figure 2.5.

Echantillon N° ou paramètre statistique	Module drainé $K_b$ en MPa	Module de la matrice $K_s = (\frac{1}{K_b} - \frac{1}{H})^{-1}$ en MPa
N° 7 (Intact)	15613	40853
N° 8 (Intact)	17241	50101
N° 24 (Intact)	15522	44540
Valeur moyenne ± écart à la moyenne exprimé en %	16125 ± 7%	45165 ± 10%
Intervalle gaussien (95 % des cas) (écart type moyen ± 2)	[14545-17705]	[37563-52767]
Intervalle gaussien (99 % cas) (écart type moyen ± 4)	[12965-19285]	[29961-60369]

FIGURE 2.5 – Résultats d'essais poro-mécaniques menés sur un mortier d' $e/c$  0.5 pour une pression de confinement de 15 MPa [30]. L'état intact correspond à un séchage à  $60^\circ C$ .

Par ailleurs, les résultats de compression simple réalisés sur ces mêmes mortiers donnent des résultats en adéquation avec les résultats des essais poro-mécaniques (voir figure 2.6).

Température de traitement	$E_1$ (simple) (MPa)	$E_2$ (triaxiale) (MPa)	$\nu$ (simple)	$K_b$ ( $E_1$ ) calculé (MPa)	$K_b$ ( $E_2$ ) calculé (MPa)	$K_b$ mesuré à $P_c = 12$ MPa (MPa)
$60^\circ C$	32507	34783	0,16	15935	17050	16759

FIGURE 2.6 – Résultats d'essais de compressions simples et triaxiales menées sur un mortier d' $e/c$  0.5 séché à  $60^\circ C$ . Comparaison avec les essais poro-mécaniques, sachant que  $K_b = \frac{E}{3(1-2\nu)}$  [30].

On retiendra pour ce matériau des modules de compressibilité  $K_b = 16,1 \text{ GPa}$  et  $K_s = 45,2 \text{ GPa}$ , ainsi qu'un module d'Young de l'ordre de  $E = 32,5 \text{ GPa}$ . L'ordre de grandeur de ces modules avait déjà été déterminé dans [143] ( voir figure 2.7). Comme attendu, le rapport  $e/c$  a un impact majeur sur les propriétés mécaniques observées.

Sample	Porosity (%)	$K_p$ (MPa)	$K_u$ (MPa)	$B$	$H$ (MPa)	$K_m$ (MPa)	$b$
$W/C = 0.5$ no. 1	15	17,700	18,900	0.17	30,400	42,400	0.6
$W/C = 0.5$ no. 2	16	16,900	18,500	0.21	31,500	36,500	0.54
$W/C = 0.8$	24	6500	9100	0.27	11,150	15,600	0.58

FIGURE 2.7 – Résultats d’essais poro-mécaniques menés sur des mortiers d’e/c 0.5 et 0.8 [143].

### 2.2.2 Influence de la fraction volumique de sable

On se propose d’étudier l’influence de la fraction volumique de sable  $f_s$  sur le module d’Young du mortier. Les échantillons testés ainsi que les résultats sont présentés dans le tableau 2.8.

N° éch.	$f_s$	h (mm)	$\Phi$ (mm)	$E_{mortier}$ (GPa)	$E_{moy}$ (GPa)	coeff variation
15.3	0.15	69,5	36,2	22,8	23,0	0,9 %
15.4		70,0	36,3	23,2		
30.3	0.30	70,0	36,3	27,5	29,1	5,5 %
30.4		70,0	36,3	30,7		
58.3	0.58	69,9	36,4	29,1	30,5	4,4 %
58.4		69,9	36,3	31,8		

FIGURE 2.8 – Résultats de compression simple sur mortiers en faisant varier la fraction volumique de sable.

On retrouve pour une fraction volumique de sable une valeur proche de celle de [30] présentée plus haut. On peut observer sur la figure 2.9 l’évolution du module d’Young en fonction de la fraction volumique de sable, en ajoutant le module mesuré sur les échantillons de pâte de ciment,  $E_{pâte} = 15,3$  GPa (voir Chapitre 3). On s’aperçoit que l’évolution est linéaire pour des faibles fractions volumiques de sable ( $f_s \leq 0,3$ ). Pour des plus fortes fractions volumiques, le gain en raideur devient bien plus faible. La question de l’influence de la fraction volumique de sable

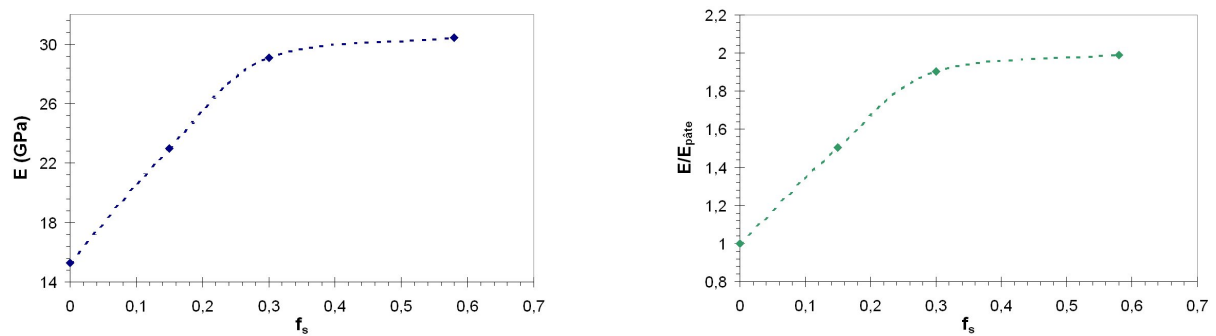


FIGURE 2.9 – A gauche, évolution du module d’Young du mortier en fonction de la fraction volumique de sable. A droite, évolution du rapport  $E_{mortier}/E_{pâte}$ .

devra donc être soulevée dans la partie modélisation.

## 2.3 Séchage des mortiers et bétons : conséquences mécaniques

Comme nous l’avons vu dans 1.1.5, les matériaux cimentaires sont composés d’eau. Un tel matériau au sein d’une structure exposée à un environnement dont l’humidité relative est inférieure est dans un état de déséquilibre hygrométrique. Le retour à un équilibre va donc entraîner un départ d’eau de l’intérieur de l’échantillon vers l’extérieur. Ce départ d’eau entraîne

## 2.3 Séchage des mortiers et bétons : conséquences mécaniques

un retrait qui est plus ou moins gêné suivant la structure considérée, et qui pourra induire une fissuration du matériau.

### 2.3.1 Mécanismes de séchage

Le séchage des matériaux cimentaires, et plus généralement le séchage des matériaux poreux faiblement perméables, met en jeu des mécanismes complexes [12, 37, 96]. Ces mécanismes sont résumés sur la figure 2.10. [96] a montré que le mécanisme prépondérant mis en jeu lors du



FIGURE 2.10 – Mécanismes de transport de l'eau au sein des matériaux cimentaires [129].

séchage de matériaux faiblement perméables était le transport d'arcéen d'eau liquide vers la surface de l'échantillon, et l'évaporation de cette eau en contact avec l'air extérieur.

### 2.3.2 Variations dimensionnelles

Le séchage des matériaux cimentaires a différents effets. On peut distinguer les effets à court terme des effets à long terme. A court terme, deux phénomènes sont prédominants :

- le **retrait d'auto-dessiccation ou endogène** : ce retrait est une conséquence de la contraction Le Châtelier. Le séchage interne dû à la consommation de l'eau par les réactions d'hydratation augmente les tensions capillaires (voir 1.6), ce qui induit un retrait. L'intensité de ce retrait dépend de la cinétique de chute de l'hygrométrie, et du degré d'avancement de l'hydratation. A 28 jours, pour une structure, ce retrait est presque fini. De plus, dans le cas de matériaux conservés à hygrométrie relative de 100% (ce qui est en général le cas des matériaux destinés à des essais en laboratoire), ce retrait sera limité.
- le **retrait thermique** : pour des structures d'épaisseur importante (plusieurs dizaines de centimètres), étant donné que l'hydratation du ciment est un processus exothermique qui produit un dégagement de chaleur important et rapide, se pose le problème de la dissipation de cette chaleur. Pour des structures massives, il va donc apparaître un gradient thermique entre le cœur de la structure (plus chaude) et sa périphérie exposée à l'air libre. Encore une fois, étant données les dimensions et le mode de conservation des éprouvettes destinées à des essais en laboratoire, ce retrait est limité.

Outre ces effets à court terme, il existe aussi des effets à long terme liés au retrait hydrique, ou **retrait de dessiccation**. En effet, on utilise plus d'eau pour le gâchage des matériaux cimentaires que la réaction d'hydratation n'en demande. Aussi il reste de l'eau dans la pâte, et ce sous différentes formes 1.1.5. L'intensité de ce retrait dépend de l'eau liquide présente, et sera donc d'autant plus important que le rapport  $e/c$  est grand. Ce processus est lent dans le cas de structures (plusieurs années dans un environnement courant), et par contre beaucoup plus rapide dans la procédure de séchage en étuve à 60 °C à très faible humidité relative. Pour des mortiers d' $e/c$  0.5 et 0.8 exposés à une température de 21 °C et une humidité relative de 45

%, au bout de 100 jours, la valeur maximale du retrait de dessiccation est quasiment atteinte (voir figure 2.11). La valeur asymptotique est celle mesurée sur des échantillons séchés à 60 °C en étuve à humidité relative d'environ 10%. L'état asymptotique à 60 °C est jugé atteint après stabilisation de la masse des échantillons, ce qui prend environ 50 jours [30].

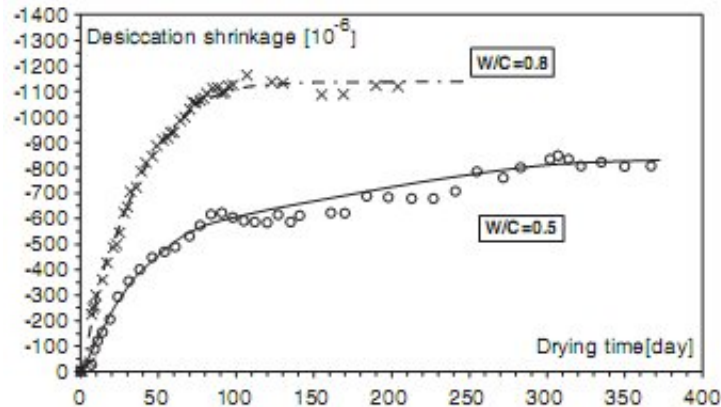


FIGURE 2.11 – Mesures du retrait de dessiccation menées sur des mortiers d'e/c 0.5 et 0.8 exposés à une température de 21 °C et une humidité relative de 45 %, en fonction du temps de séchage [163].

### 2.3.3 Effets mécaniques du séchage

Les mortiers/bétons sont des composites de granulats et de pâte de ciment. Comme montré précédemment, la pâte de ciment subit un retrait lors du séchage. Les granulats eux ne sont pas concernés par ce retrait. L'incompatibilité des déformations engendrées va fissurer le matériau, si bien que l'état de référence considéré comme sain, est déjà un état endommagé. Des fissures liées au séchage ont en effet été observées par microscopie optique sur des mortiers à base de billes de verre [140]. Des fissures autour et entre les granulats sont ainsi créées (voir figure 2.12). [19] a utilisé ces mêmes techniques d'observation pour déterminer la microfissuration engendrée

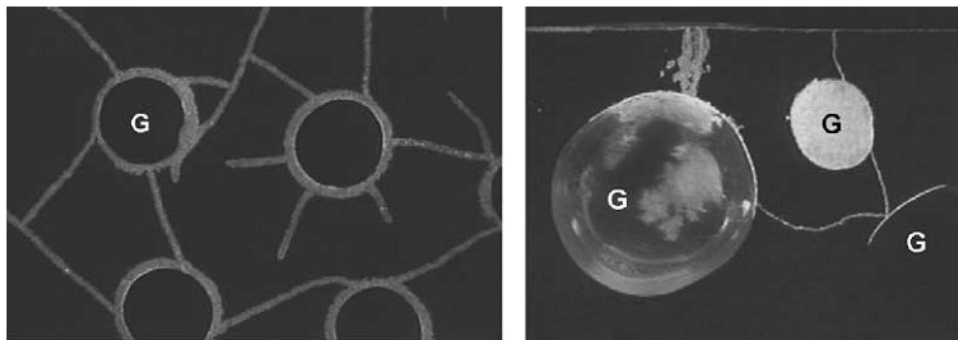


FIGURE 2.12 – Observation par microscopie optique de fissures dans un mortier sec à base de billes de verre (repérées par G) [140].

par le retrait de dessiccation dans des mortiers. On observe également des fissures autour et entre les grains de sable (voir figure 2.13). L'apparition de ces fissures a bien sûr des conséquences sur les propriétés mécaniques. L'évolution du module d'Young des mortiers dont le retrait de dessiccation est donné sur la figure 2.14 a été étudiée [163].

On observe une perte de rigidité de l'ordre de 15 à 20 %, d'autant plus grande qu'il y a de l'eau dans le matériau. On retrouve cette évolution pour des bétons séchés selon la même procédure



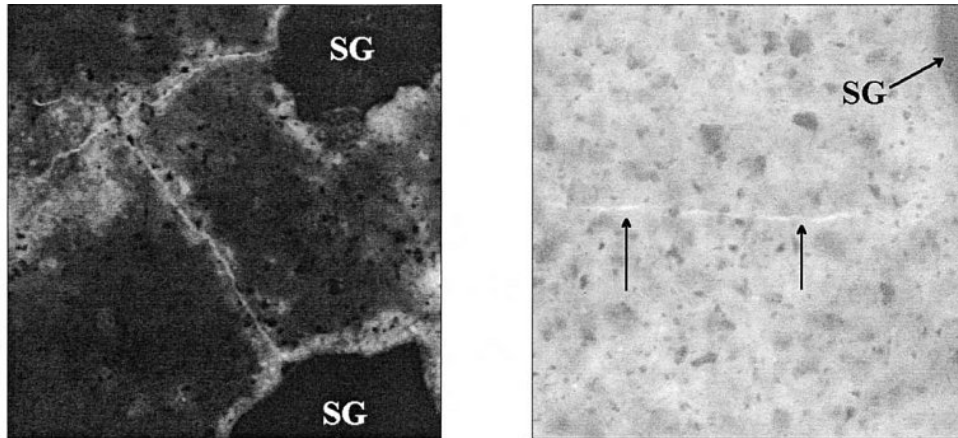


FIGURE 2.13 – Observation par microscopie optique de fissures dans un mortier sec à base de grains de sable (repérées par SG) [19].

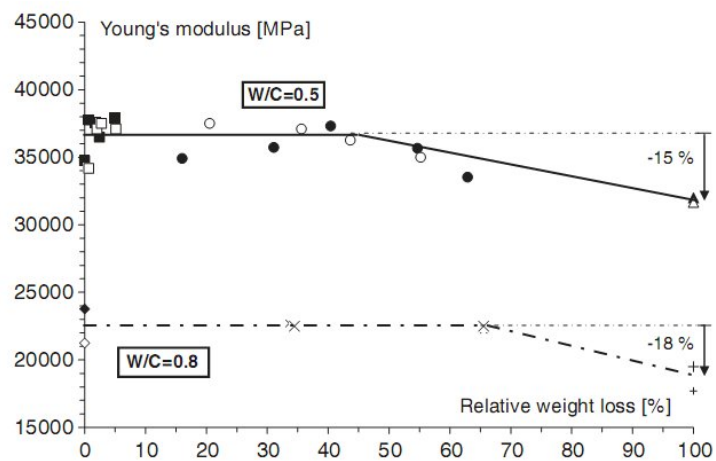


FIGURE 2.14 – Évolution du module d'Young de mortiers de rapports  $e/c$  0.5 et 0.8 exposés à une température de  $21\text{ }^{\circ}\text{C}$  et une humidité relative de 45 %, en fonction du pourcentage de perte de masse [163].



[23], comme le montre la figure 2.15. Une diminution de 25 % du module d'Young a ainsi été mesurée. Les résultats obtenus au 2.2.1 sur des mortiers séchés encore plus sévèrement que les

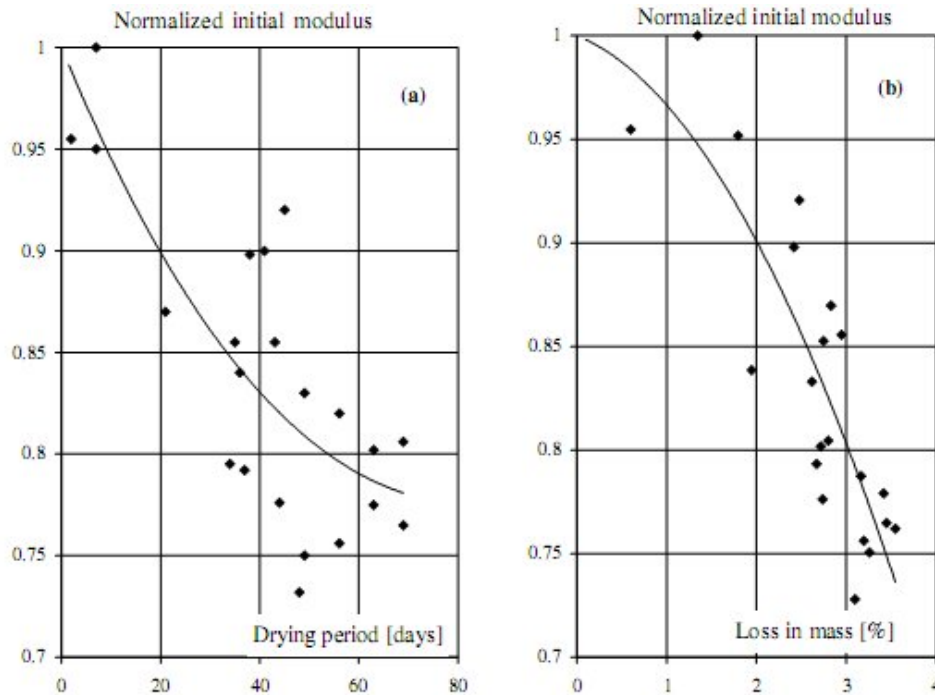


FIGURE 2.15 – Évolution du module d'Young de bétons de rapport  $e/c$  0.63 exposés à une température de 21 °C et une humidité relative de 60 %, en fonction du pourcentage de perte de masse ou de la durée de séchage [23].

matériaux présentés plus haut sont donc les propriétés mécaniques d'un matériau endommagé, mais qui est considéré comme sain en référence aux traitements thermiques à venir. Il conviendra toutefois de garder en tête le caractère endommagé des échantillons *sains*.

## 2.4 Estimation des propriétés élastiques du mortier

Nous allons utiliser ici le cadre théorique présenté au 1.2.2. Nous y avons présenté le schéma dilué, un schéma d'homogénéisation basé sur la solution du problème d'Eshelby. Ce schéma est satisfaisant pour de très faibles fractions volumiques d'inclusions (ou de pores), de l'ordre de quelques %, étant donné que l'on néglige totalement les interactions entre inclusions. Or les mortiers et bétons usuels du Génie Civil contiennent des fractions volumiques de granulats de l'ordre de plusieurs dizaines de %. On comprend que ces inclusions ne peuvent plus être considérées comme seules dans une matrice, sans prendre en compte l'effet de la présence d'autres inclusions. Pour répondre à cette problématique, le **schéma de Mori-Tanaka** est un candidat intéressant.

### 2.4.1 Le schéma de Mori-Tanaka

Le schéma de Mori-Tanaka [103], tout comme le schéma dilué, se base sur la résolution du problème d'Eshelby (voir 1.18). Pour le schéma dilué (voir 1.2.2), nous avons considéré que la déformation homogène au "contour" du milieu infini du problème d'Eshelby était la déformation homogène au contour du VER  $\mathbf{E}$ . Cela revient à considérer que la déformation moyenne de la matrice du VER est la même que la déformation au contour du VER. Pour prendre en

## 2.4 Estimation des propriétés élastiques du mortier

compte une interaction entre inclusions, nous allons considérer une *déformation auxiliaire*  $\mathbf{E}_0$  homogène appliquée au "contour" du milieu infini du problème d'Eshelby (voir figure 2.16). Cette déformation est à priori différente de la déformation  $\mathbf{E}$ .

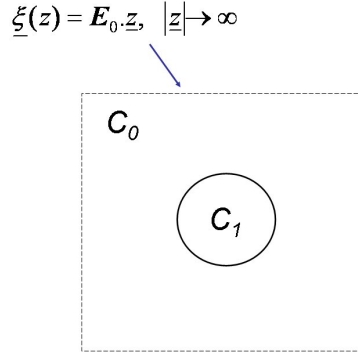


FIGURE 2.16 – Problème d'Eshelby d'une inclusion plongée dans un milieu infini soumis à une déformation auxiliaire homogène sur son "contour" .

La solution du problème d'Eshelby donne la moyenne des déformations dans l'inclusion  $1$  :

$$\varepsilon^I = \left( \mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} : \mathbf{E}_0 \quad (2.12)$$

avec  $\delta\mathbb{C} = \mathbb{C}_1 - \mathbb{C}_0$ . Considérons un milieu dont la microstructure est composée d'une phase  $0$  (de fraction volumique  $f_0$ ) et d'une phase inclusionnaire ellipsoïdale  $1$  (de fraction volumique  $f_1$ ). On note  $\mathbb{C}_0$  le tenseur de rigidité de la phase  $0$  et  $\mathbb{C}_1$  celui de la phase  $1$ . Dans le schéma de Mori-Tanaka, le milieu  $0$  fait office de matrice dans laquelle sont plongées des inclusions **ellipsoïdales**. On se limite ici pour ce schéma au cas d'inclusions sphériques. En effet, le modèle de Mori-Tanaka peut être justifié sous certaines conditions comme un cas particulier du modèle de Ponte-Castañeda Willis (PCW) [27]. Dans le modèle de PCW, on distingue la forme des inclusions et leur distribution spatiale, si bien que l'on peut prendre en compte une isotropie de forme conjointe à une anisotropie de distribution spatiale. Le modèle de Mori-Tanaka est un cas particulier du modèle PCW où l'on confond la forme des phases et leur distribution spatiale. Ainsi dans le cas d'un matériau constitué d'inclusions distribuées de manière isotrope, le modèle de Mori-Tanaka n'est exploitable en toute rigueur que pour des morphologies sphériques. La déformation moyenne dans la matrice  $\bar{\varepsilon}_m$  est alors égale à la déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$ , et la déformation dans l'inclusion  $\varepsilon_1$  est estimée par la déformation donnée par la résolution du problème d'Eshelby  $\varepsilon^I$  :

$$\begin{cases} \varepsilon_m &= \mathbf{E}_0 \\ \varepsilon_1 &= \left( \mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} : \mathbf{E}_0 \end{cases} \quad (2.13)$$

Reste à déterminer la relation entre la déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$  et la déformation macroscopique  $\mathbf{E}$ . Pour cela nous utilisons la règle de moyenne des déformations 1.33 :

$$\begin{aligned} \mathbf{E} &= \bar{\varepsilon} = f_0 \varepsilon_m + f_1 \varepsilon_1 \\ &= f_0 \mathbf{E}_0 + f_1 \left( \mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} : \mathbf{E}_0 \\ &= f_0 \mathbf{E}_0 + f_1 \left( \mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} : \mathbf{E}_0 \\ &= \left( f_0 \mathbf{1} + f_1 \left( \mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} \right) : \mathbf{E}_0 \\ &= f_0 \mathbf{1} + f_1 \left( \mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta\mathbb{C} \right)^{-1} : \mathbf{E}_0 \end{aligned} \quad (2.14)$$

On a donc :

$$\mathbf{E}_0 = \left( f_0 \mathbf{1} + f_1 (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} \right)^{-1} : \mathbf{E} \quad (2.15)$$

Les déformations dans les différentes phases sont donc données par :

$$\begin{cases} \varepsilon_m &= \left( f_0 \mathbf{1} + f_1 (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} \right)^{-1} : \mathbf{E} \\ \varepsilon_1 &= (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} : \left( f_0 \mathbf{1} + f_1 (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} \right)^{-1} : \mathbf{E} \end{cases} \quad (2.16)$$

On a ici une relation linéaire entre la moyenne des déformations dans les différentes phases et la déformation macroscopique  $\mathbf{E}$ . En se référant à la relation 1.36, on a donc l'expression des tenseurs de localisation des déformations des deux phases en présence :

$$\begin{cases} \mathbb{A}_m &= \left( f_0 \mathbf{1} + f_1 (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} \right)^{-1} \\ \mathbb{A}_1 &= (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} : \left( f_0 \mathbf{1} + f_1 (\mathbf{1} + \mathbf{P}_1^0 : \delta \mathbb{C})^{-1} \right)^{-1} \end{cases} \quad (2.17)$$

On peut généraliser ces expressions au cas de  $n$  phases dans une matrice. Le tenseur de localisation des déformations de la phase  $i$  ( $1 \leq i \leq n$ ) s'écrit donc :

$$\mathbb{A}_i = (\mathbf{1} + \mathbf{P}_i^0 : \delta \mathbb{C}_i)^{-1} : \left( f_0 \mathbf{1} + \sum_{j=1}^n f_j (\mathbf{1} + \mathbf{P}_j^0 : \delta \mathbb{C}_j)^{-1} \right)^{-1} \quad (2.18)$$

où  $f_j$  est la fraction volumique de la phase  $j$ ,  $\mathbb{C}_j$  son tenseur de rigidité,  $\mathbf{P}_j^0$  son tenseur de Hill et  $\delta \mathbb{C}_j = \mathbb{C}_j - \mathbb{C}_0$ . Le tenseur de localisation dans la matrice vaut alors :

$$\mathbb{A}_m = \left( f_0 \mathbf{1} + \sum_{j=1}^n f_j (\mathbf{1} + \mathbf{P}_j^0 : \delta \mathbb{C}_j)^{-1} \right)^{-1} \quad (2.19)$$

On peut réécrire le tenseur de localisation de la matrice en notant que  $\delta \mathbb{C}_0 = \mathbb{C}_0 - \mathbb{C}_0 = \mathbf{0}$ , si bien que :

$$\mathbb{A}_m = (\mathbf{1} + \mathbf{P}_0^0 : \delta \mathbb{C}_0)^{-1} : \left( f_0 (\mathbf{1} + \mathbf{P}_0^0 : \delta \mathbb{C}_0)^{-1} + \sum_{j=1}^n f_j (\mathbf{1} + \mathbf{P}_j^0 : \delta \mathbb{C}_j)^{-1} \right)^{-1} \quad (2.20)$$

On peut finalement réécrire ces expressions sous la forme :

$$\begin{cases} \mathbb{A}_m &= \overline{(\mathbf{1} + \mathbf{P}^0 : \delta \mathbb{C})^{-1}}^{-1} \\ \mathbb{A}_i &= (\mathbf{1} + \mathbf{P}_i^0 : \delta \mathbb{C}_i)^{-1} : \overline{(\mathbf{1} + \mathbf{P}^0 : \delta \mathbb{C})^{-1}}^{-1} \end{cases} \quad (2.21)$$

On pourra alors calculer le tenseur de rigidité homogénéisé  $\mathbb{C}_{hom}$  par la relation  $\mathbb{C}_{hom} = \overline{\mathbb{C} : \mathbb{A}}$ .

$$\mathbb{C}_{MT} = \overline{\mathbb{C} : (\mathbf{1} + \mathbf{P}^0 : \delta \mathbb{C})^{-1}} : \overline{(\mathbf{1} + \mathbf{P}^0 : \delta \mathbb{C})^{-1}}^{-1} \quad (2.22)$$

## 2.4.2 Application au milieu poreux

Revenons sur le cas du milieu poreux étudié au 1.2.2 dont nous avons estimé les modules élastiques homogénéisés par le schéma dilué pour des porosités inférieures à 10 %. Nous allons effectuer cette même estimation en utilisant le schéma de Mori-Tanaka. La microstructure est

## 2.4 Estimation des propriétés élastiques du mortier

ici composée d'une matrice élastique isotrope (module de compressibilité  $k_s$  et module de cisaillement  $\mu_s$ ) et de pores (porosité  $\varphi$ ). La relation 2.22 où la seule phase inclusionnaire est la porosité (on prend des pores sphériques) donne alors les expressions des modules homogénéisés :

$$\begin{cases} k_{MT} = \frac{4k_s\mu_s(1-\varphi)}{3k_s\varphi + 4\mu_s} \\ \mu_{MT} = \frac{\mu_s(1-\varphi)(9k_s + 8\mu_s)}{9k_s + 8\mu_s + 6\varphi(k_s + 2\mu_s)} \end{cases} \quad (2.23)$$

On peut alors comparer les résultats obtenus par les schémas dilués et de Mori-Tanaka (voir la figure 2.17). On observe que les deux schémas donnent les mêmes estimations pour des concen-

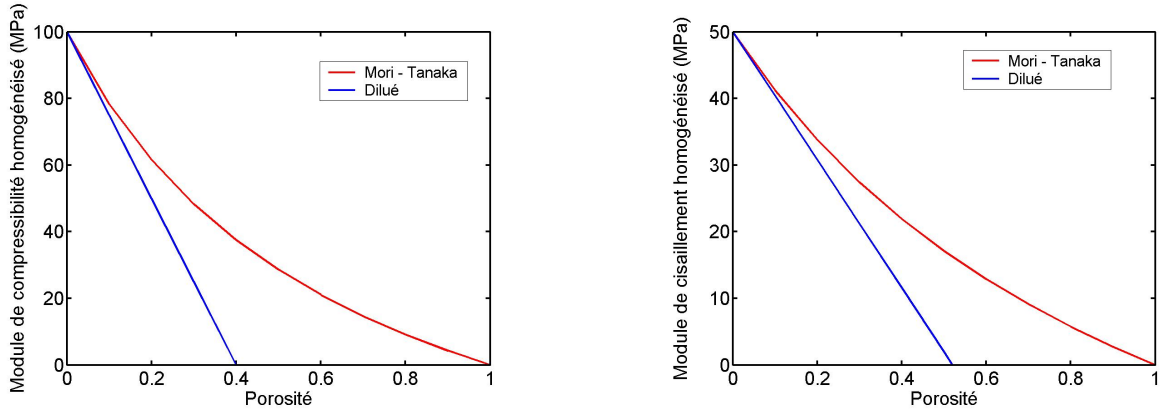


FIGURE 2.17 – Estimations des modules homogénéisés données par le schéma dilué et le schéma de Mori-Tanaka dans le cas d'un matériau composé d'une matrice solide ( avec  $k_s = 100 \text{ MPa}$  et  $\mu_s = 50 \text{ MPa}$  ) et de pores sphériques

trations volumiques très faibles d'inclusions (quelques %) et que les estimations diffèrent considérablement pour des fractions volumiques plus grandes. Cela était attendu car le schéma dilué ne prend pas du tout en compte les interactions entre inclusions, ce qui est valable à très faible fraction volumique d'inclusions, alors que ces interactions ne sont plus négligeables pour des fractions volumiques de plusieurs dizaines de %. Le schéma de PCW (et de fait le schéma de Mori-Tanaka) prend en compte l'interaction du voisinage d'une inclusion sous la forme d'un champ moyen. C'est une prise en compte simplifiée des interactions entre inclusions, qui sera d'autant plus valable que la fraction volumique d'inclusions reste modérée (inférieure à 25-30 %). Dans la suite nous utiliserons ces modèles même pour des fractions volumiques plus importantes, en gardant en mémoire cette limitation.

### 2.4.3 Application à l'estimation des modules élastiques

Nous appliquons ici le schéma de Mori-Tanaka pour estimer les propriétés élastiques d'un mortier, et notamment celui étudié dans [30]. La microstructure du mortier peut en effet être vue comme des inclusions de sable dans une matrice de pâte de ciment. Ce mortier est réalisé à partir du sable normalisé dont l'étendue granulaire est donnée sur la figure 1.26. Les grains de sable ont une taille moyenne de l'ordre de 0,5 à 1 mm. Des essais de porosimétrie mercure réalisés par [30] ont permis de déterminer le rayon moyen des pores du mortier étudié, de l'ordre de 40 nm. On a donc une séparation d'échelle entre les grains de sable et les pores. La porosité du mortier mesurée est donc considérée à l'échelle de la pâte de ciment : elle est incluse dans la matrice. Le mortier vis à vis du schéma envisagé est ainsi constitué de grains de sable et d'une matrice poreuse de pâte de ciment. A l'échelle considérée, il y a donc deux phases : les grains de

sable et la pâte. Les grains de sable sont modélisés par des sphères. Les deux phases en présence ont un comportement élastique linéaire isotrope. Notant  $k_s$  et  $\mu_s$ ,  $k_m$  et  $\mu_m$ , respectivement les modules de compressibilité et de cisaillement des grains de sable et de la matrice pâte de ciment,  $f_s$  la fraction volumique des grains de sable, l'application du schéma de Mori-Tanaka à cette microstructure donne les modules de compressibilité et de cisaillement homogénéisés suivants :

$$\begin{aligned} k_{mortier} &= \frac{4(k_m\mu_m(1-f_s)) + k_s(3k_m + 4f_s\mu_m)}{3k_s + 4\mu_m + 3f_s(k_m - k_s)} \\ \mu_{mortier} &= \frac{(8(1-f_s)\mu_m^2 + (9k_m(1-f_s) + 4\mu_s(3-2f_s))\mu_m + 3k_m\mu_s(2+3f_s))\mu_m}{4(2+3f_s)\mu_m^2 + (3k_m(3-2f_s) + 12\mu_s(1-f_s))\mu_m + 6k_m\mu_s(1-f_s)} \end{aligned} \quad (2.24)$$

où l'on peut exprimer les modules de compressibilité et de cisaillement des différentes phases à partir de leurs modules d'Young et coefficients de Poisson d'après les expressions suivantes :

$$\begin{cases} k = \frac{E}{3(1-2\nu)} \\ \mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \end{cases} \quad (2.25)$$

Notant  $E_s$  et  $\nu_s$ ,  $E_m$  et  $\nu_m$ , respectivement les modules d'Young et coefficient de Poisson des grains de sable et de la matrice pâte de ciment, nous avons besoin des valeurs numériques de ces modules pour avoir une estimation de l'élasticité du mortier. Les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson de la pâte sont tirées des résultats expérimentaux de ce travail de thèse et seront présentées ultérieurement. On a, pour l'état de référence à 60 °C, les valeurs suivantes :  $E_m = 15,3 \text{ GPa}$  et  $\nu_m = 0,18$ . Ce sont des valeurs moyennes de résultats d'essais. Il faut maintenant connaître les propriétés élastiques des grains de sable. Il y a de nombreux résultats sur le comportement des sables étudiés en mécanique des sols, mais ici il est nécessaire de connaître le comportement élastique des grains seuls. Aussi, [40] ont réalisé des essais de nanoindentation sur des grains de sable. Ces grains sont tirés d'un sable ayant une étendue granulaire similaire au sable utilisé (de 0,1 à 2 mm) avec un diamètre moyen de 1 mm, et les grains testés ont été séchés à 55 °C, soit un état proche de l'état de référence à 60 °C considéré ici. L'essai consiste à mesurer l'enfoncement d'une pointe cylindrique micrométrique et à relier cet enfoncement à un module d'Young, en ayant supposé une valeur du coefficient de Poisson ( $\nu_s = 0,17$  ici). Le caractère isotrope du grain est validé expérimentalement en indentant des surfaces de différentes orientations, et les résultats des essais réalisés sur 250 grains sont présentés sur la figure 2.18. On observe une dispersion importante des résultats obtenus, avec des modules variant de 41,4 à 115,8 GPa. On retiendra la valeur moyenne  $E_s = 90 \text{ GPa}$  ici. En utilisant ces données pour estimer les modules élastiques du mortier étudié ayant une fraction volumique de sable de 58 %, le schéma de Mori-Tanaka prévoit les résultats suivants :

$$\begin{cases} k_{mor_{MT}} = 19,1 \text{ GPa} & , \quad \mu_{mor_{MT}} = 15,6 \text{ GPa} \\ E_{mor_{MT}} = 36,7 \text{ GPa} & , \quad \nu_{mor_{MT}} = 0,18 \end{cases} \quad (2.26)$$

[30] a obtenu les résultats expérimentaux suivants :

$$\begin{cases} k_{mor_{exp}} = 16,1 \text{ GPa} \\ E_{mor_{exp}} = 32,5 \text{ GPa} & , \quad \nu_{mor_{exp}} = 0,16 \end{cases} \quad (2.27)$$

On observe que les estimations du schéma de Mori-Tanaka surestiment les modules élastiques mesurés. Or le schéma de Mori-Tanaka employé dans un contexte de biphasé, en prenant comme

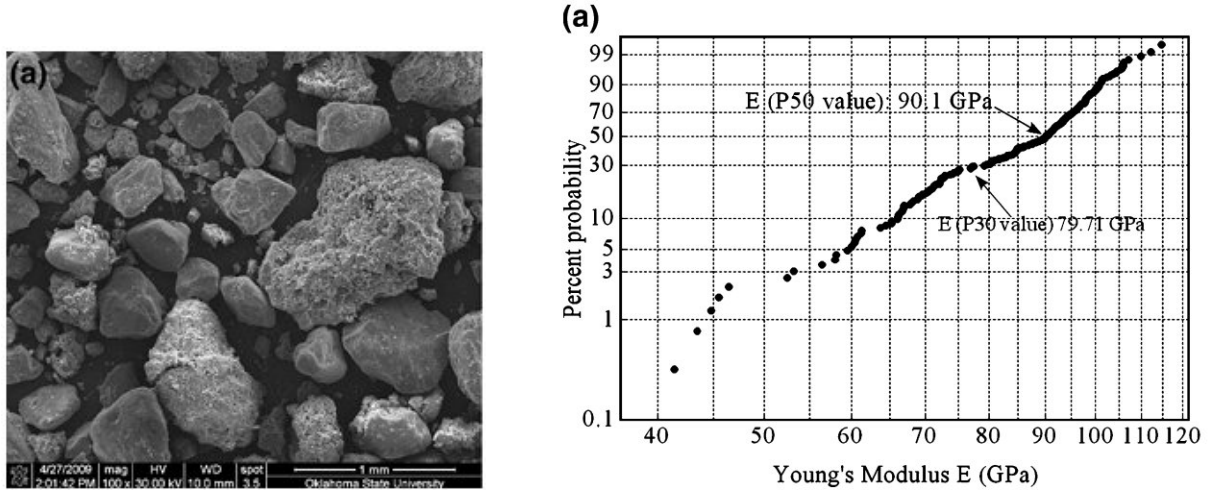


FIGURE 2.18 – A gauche, observation au microscope des grains de sable testés. A droite, représentation statistique des modules d'Young obtenus sur les 250 grains testés [40].

matrice (ou milieu de référence) la phase la plus souple, correspond à la borne inférieure d'Hashin et Shtrickman. La formulation d'Hashin et Shtrickman [74] se base sur une approche variationnelle du problème mécanique se posant sur un VER hétérogène, et donne alors l'expression de bornes inférieures et supérieures de l'élasticité homogénéisée du milieu. Le modèle de PCW se base sur cette approche. Aussi, dans le cas d'un biphasé, l'estimation de Mori-Tanaka correspond exactement aux bornes d'Hashin et Shtrickman. Les valeurs obtenues sont donc des bornes inférieures du comportement élastique homogénéisé de la microstructure étudiée. Et ici, cette borne inférieure surestime fortement le comportement effectivement observé. Cette surestimation est déjà visible si l'on regarde les résultats obtenus sur mortier par [162]. En effet [162] mesure le module d'Young de mortiers composés à différentes fractions volumiques de sable et compare ces résultats expérimentaux à une estimation de Mori-Tanaka. Comme on peut le voir sur la figure 2.19, l'estimation de Mori-Tanaka surestime de manière importante les résultats expérimentaux obtenus, et ce même pour des fractions volumiques de sable assez faibles (10 et 20 %), fractions volumiques pour lesquelles le schéma de Mori-Tanaka est censé être satisfaisant. L'écart est d'autant plus important que la fraction volumique d'inclusions est grande. Nous pourrions

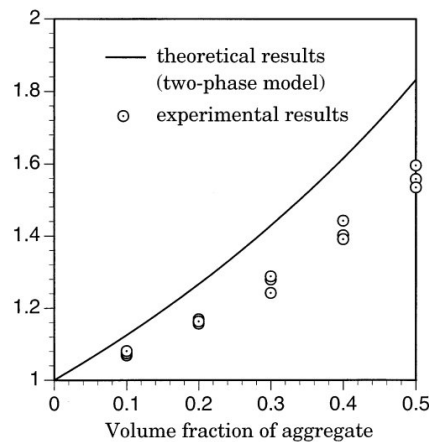


FIGURE 2.19 – Comparaison de résultats expérimentaux et de l'estimation de Mori-Tanaka du rapport  $\frac{\text{module d'Young mortier}}{\text{module d'Young pâte de ciment}}$ , pour différentes fractions volumiques de sable. [162].

expliquer cette surestimation par l'incertitude sur les modules élastiques des grains de sable et de la pâte choisis, et les modifier pour retrouver les valeurs expérimentales. Une autre piste d'amélioration peut être dans la représentation choisie, et dans les phénomènes physiques pris en compte. Le mortier n'est peut être pas un simple mélange de pâte et de grains. Et avant que la prise n'ait lieu, il faut considérer le mélange de grains de sable et de grains de ciment anhydres, plongés dans un liquide, l'eau de gâchage. Or ces grains ont des tailles très différentes. Plusieurs centaines de micromètres de diamètre pour les grains de sable contre quelques micromètres pour les grains de ciment anhydres. Lors du malaxage, un *effet mur* apparaît, c'est à dire qu'à la frontière des grains de sable, les grains de ciment voient une surface presque plane, un mur [137]. Aussi l'empilement proche de ce *mur* est rendu difficile, les plus gros grains de ciment ayant tendance à en être écartés, comme le montre la figure 2.20. On observe que l'empilement est perturbé sur une distance de 30 à 50  $\mu\text{m}$ , avec une première zone riche en petits grains, suivie d'une zone dépourvue de ces grains, avant la zone dite *bulk*, c'est à dire le mélange de grains anhydres qui existerait en l'absence de grains de sable. Ce défaut d'empilement va entraîner lors de la prise une zone plus poreuse à la périphérie des grains de sable. Et cette zone, dite **Zone de Transition Interfaciale ou ITZ** joue un rôle majeur sur le plan mécanique. On peut observer ce phénomène sur la figure 2.21. Ainsi, alors que la porosité dans la *pâte bulk* (zone loin des granulats) est de l'ordre de 10 %, elle augmente de 10 à 30 % dans l'ITZ au fur et à mesure que l'on s'approche de la surface du granulat.

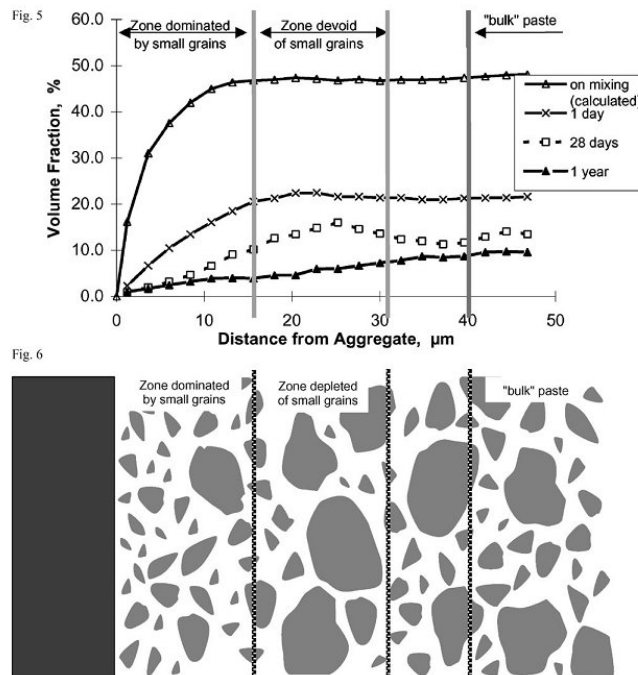


FIGURE 2.20 – Conséquences de l'*effet mur* sur la répartition des grains de ciment anhydres à la périphérie de granulats dans un béton [137].

En résumé, l'ITZ est une zone où la pâte est plus poreuse et a donc des propriétés mécaniques plus faibles, et cette plus faible rigidité en périphérie des grains doit être prise en compte dans un schéma d'homogénéisation si l'on veut rendre compte de ce phénomène physique.

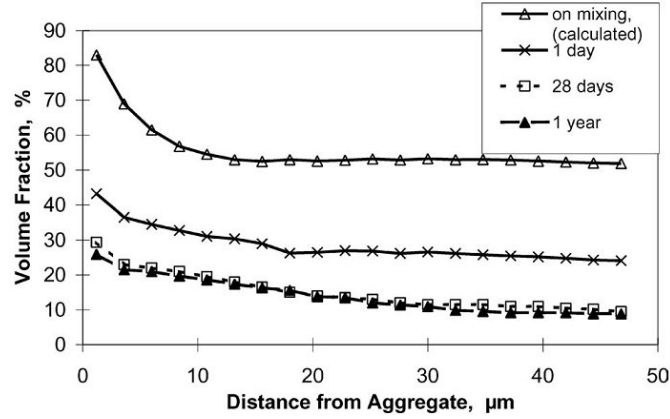


FIGURE 2.21 – Evolution de la porosité à la périphérie des granulats pour plusieurs âges du béton étudié [137].

### 2.4.4 ITZ et homogénéisation : modèle de double inclusion

Une première idée pour prendre en compte l'ITZ est d'utiliser une représentation de la microstructure composée d'une matrice cimentaire et d'inclusions composites (voir figure 2.22). Ces inclusions sphériques sont constituées d'un noyau sphérique (le grain de sable ici) entouré d'une coque constituée d'un matériau similaire à la matrice mais ayant des propriétés mécaniques plus faibles car plus poreux. Ce modèle est appelé *modèle de double inclusion* et a été proposé par Hori et Nemat-Nasser [107]. Pour déterminer les propriétés macroscopiques homogénéisées d'un tel matériau, il faut résoudre un problème d'Eshelby *généralisé*, l'inclusion n'étant plus homogène mais composite.

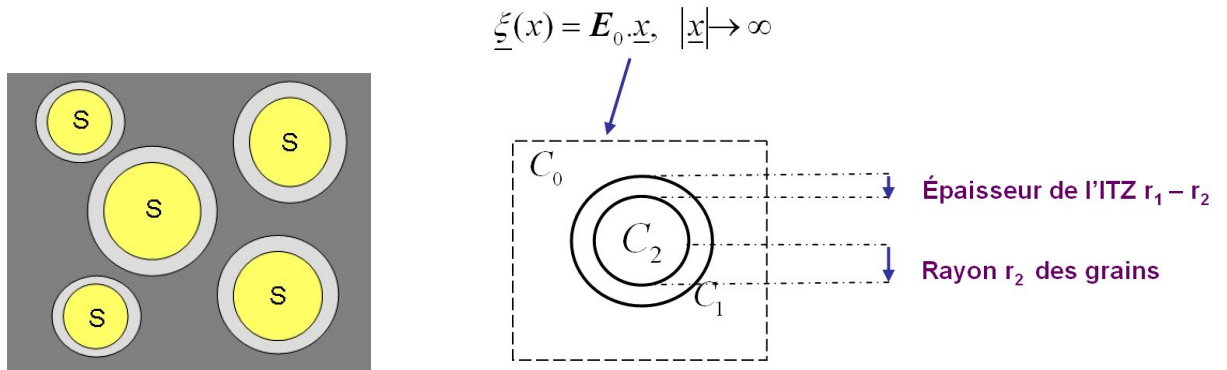


FIGURE 2.22 – A gauche, représentation de la microstructure composée d'une matrice et de sphères composites. Les sphères composites comportent un noyau grain de sable S et une coque représentant l'ITZ. A droite, représentation du problème d'Eshelby généralisé à résoudre pour déterminer les propriétés élastiques homogénéisées du VER considéré.

Ainsi on affecte à l'ITZ des propriétés élastiques plus faibles que celles de la matrice pour rendre compte de l'excès de porosité de cette zone. C'est la modélisation qu'a adoptée [162] pour solutionner la surestimation des propriétés élastiques du mortier du schéma de Mori-Tanaka classique. La question est alors, connaissant les propriétés élastiques des grains de sable et de la pâte, de déterminer les propriétés élastiques de l'ITZ, ainsi que l'épaisseur de cette ITZ. En effet ce schéma introduit une notion de taille, que ce soit le rayon des grains de sable ou l'épaisseur de l'ITZ. Le rayon des grains de sable est pris égal à  $225 \mu m$  ici. Pour l'élasticité de l'ITZ, [162] propose de prendre un module d'Young  $E_{ITZ}$  proportionnel au module d'Young de la matrice



cimentaire  $E_m$  et prend en compte deux épaisseurs d'ITZ, 20 et 40  $\mu m$  (l'ordre de grandeur observé par [137]). Ainsi,  $E_{ITZ} = aE_m$ , avec  $0 \leq a \leq 1$ . On peut observer sur la figure 2.23 les différentes estimations obtenues suivant le coefficient  $a$  choisi.

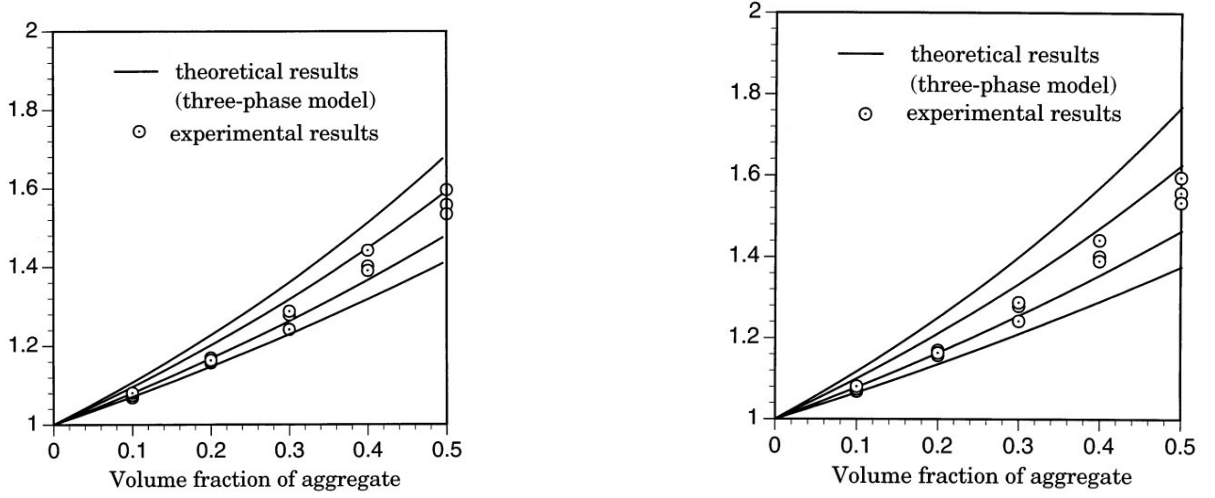


FIGURE 2.23 – Comparaison de résultats expérimentaux et de l'estimation de Mori-Tanaka à sphères composites du rapport  $a = \frac{\text{module d'Young mortier}}{\text{module d'Young pâte de ciment}}$ , pour différentes fractions volumiques de sable. L'épaisseur de l'ITZ a été prise égale à 20  $\mu m$  à gauche, et 40  $\mu m$  à droite.[162].

Pour les deux épaisseurs d'ITZ, le meilleur accord entre les estimations et les résultats expérimentaux est obtenu pour des coefficients de proportionnalité  $a$  différents. Ainsi pour une épaisseur de 20  $\mu m$ , le coefficient optimal se situe entre 0.2 et 0.4, alors qu'il se situe entre 0.5 et 0.7 pour une épaisseur de 40  $\mu m$ .

### Remarques

Cette modélisation appelle quelques remarques. Les résultats de la figure 2.23 montrent un bon accord entre les estimations et les résultats expérimentaux, et ce même pour des fractions volumiques de sable importantes, jusqu'à 50 %. On a déjà mentionné que le schéma de Mori-Tanaka était plutôt adapté à des fractions volumiques d'inclusions jusqu'à 30 %. Or il faut bien voir que l'inclusion dans ce schéma à sphères composites n'est plus le grain de sable, mais bel et bien la sphère composite. Ainsi, une fraction volumique de sable de 50 % correspond alors à une fraction volumique d'inclusions plus importante. Nous pouvons d'ailleurs calculer cette fraction volumique. Notant  $f_s$  la fraction volumique de sable,  $R_s$  le rayon moyen des grains de sable,  $e_{ITZ}$  l'épaisseur moyenne de l'ITZ,  $f_{inc}$  la fraction volumique d'inclusions composites,  $|\Omega|$  le volume considéré, on peut faire le calcul suivant :

$$\begin{cases} f_s &= \frac{1}{|\Omega|} \frac{4}{3} \pi R_s^3 \\ f_{inc} &= \frac{1}{|\Omega|} \frac{4}{3} \pi (R_s + e_{ITZ})^3 \\ \frac{f_{inc}}{f_s} &= \left( \frac{R_s + e_{ITZ}}{R_s} \right)^3 = \left( 1 + \frac{e_{ITZ}}{R_s} \right)^3 \end{cases}$$

d'où :

$$f_{inc} = f_s \left( 1 + \frac{e_{ITZ}}{R_s} \right)^3$$

## 2.4 Estimation des propriétés élastiques du mortier

Ainsi, si  $R_s = 225\mu m$ , que  $e_{ITZ_1} = 20\mu m$  et  $e_{ITZ_2} = 40\mu m$ , alors  $f_{inc_1} \simeq 1.29f_s$  et  $f_{inc_2} \simeq 1.63f_s$ . Aussi, pour une fraction volumique de sable de 50 % et une épaisseur d'ITZ de  $40\mu m$ , la fraction volumique d'inclusions composites vaut  $f_{inc_2} \simeq 82\%$ . Et si on veut appliquer cette modélisation au mortier présenté auparavant, ayant une fraction volumique de sable de 58 %, des grains de sable de diamètre moyen compris entre 0,5 et 1 mm, et en considérant une épaisseur d'ITZ de  $40\mu m$ , la fraction volumique d'inclusions composites vaut alors 77 %. On constate que cette modélisation met en jeu des fractions volumiques d'inclusions très élevées.

Enfin, est-ce normal que le coefficient de proportionnalité optimal soit doublé quand on double l'épaisseur de l'ITZ? Cela est logique, car à fraction volumique constante de grains de sable, doubler l'épaisseur de l'ITZ revient à quasiment doubler sa fraction volumique. De ce fait, à fraction volumique de sable fixée, l'augmentation de la fraction volumique d'ITZ est compensée par la diminution de fraction volumique de matrice. Ainsi, pour retrouver les mêmes propriétés mécaniques homogénéisés, il faut compenser cette présence doublée de zone faible en doublant ses propriétés mécaniques.

Une fois ces remarques faites, et notamment la critique concernant l'augmentation de la fraction volumique d'inclusions due à la présence de l'ITZ, on peut étudier un autre moyen de représenter l'ITZ. Au lieu de considérer une coque sphérique mécaniquement plus faible autour des grains de sable, il est possible de prendre en compte cette faiblesse, cette zone plus poreuse autour des grains en l'identifiant à un défaut d'adhérence entre les grains de sable et la pâte. En effet dans les schémas classiques, et dans la résolution du problème d'Eshelby, on fait l'hypothèse d'une adhérence parfaite entre les phases. Or, il est possible de considérer un défaut d'adhérence en permettant une discontinuité de déplacement  $[\xi]$  à l'interface entre 2 phases. Nous considérons ici une interface élastique isotrope transverse de tenseur de raideur  $\mathbf{K}$ , si bien que sa loi de comportement s'écrit :

$$\underline{\mathbf{T}} = \sigma.\underline{n} = \mathbf{K}.\llbracket \xi \rrbracket \quad (2.28)$$

avec :

$$\mathbf{K} = K_n \underline{n} \otimes \underline{n} + K_t (\mathbf{1} - \underline{n} \otimes \underline{n}) \quad (2.29)$$

où  $\underline{n}$  désigne la normale à l'interface,  $K_n$  sa raideur normale,  $K_t$  sa raideur tangentielle. Afin de déterminer les propriétés élastiques homogénéisées d'un tel milieu, il faut déterminer l'expression des moyennes des tenseurs de localisation des différentes phases. Pour cela il faut de nouveau résoudre un problème d'Eshelby généralisé, où l'inclusion n'est encore une fois plus homogène, mais constituée d'un matériau élastique linéaire isotrope entourée d'une interface dont la loi de comportement est donnée par 2.28 (voir figure 2.24). Une fois le problème résolu, il est

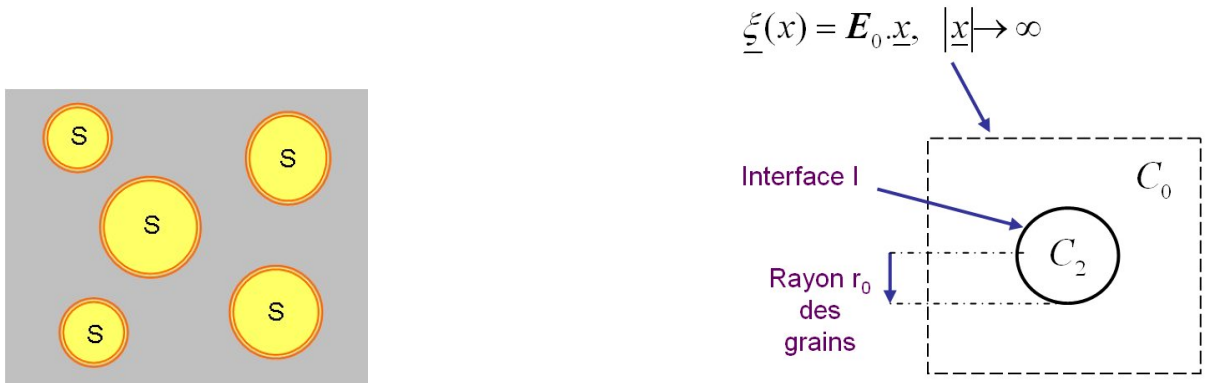


FIGURE 2.24 – A gauche, représentation de la microstructure composée d'une matrice et de sphères entourées d'une interface imparfaite. A droite, représentation du problème d'Eshelby généralisé à résoudre pour déterminer les propriétés élastiques homogénéisées du VER considéré.

possible d'appliquer le schéma d'homogénéisation choisi (ici le schéma de Mori-Tanaka) afin de déterminer les propriétés élastiques homogénéisées du VER considéré. La microstructure est constituée ici d'une matrice et d'inclusions sphériques élastiques linéaires isotropes, où les interfaces des inclusions ont le comportement 2.28. Notant  $k_2$  et  $\mu_2$ ,  $k_0$  et  $\mu_0$ , respectivement les modules de compressibilité et de cisaillement des inclusions et de la matrice,  $f_2$  la fraction volumique des inclusions,  $r_0$  le rayon moyen de ces inclusions,  $K_n$  et  $K_t$  respectivement les raideurs d'interface normale et tangentielle, l'application du schéma de Mori-Tanaka à cette microstructure donne les modules de compressibilité et de cisaillement homogénéisés suivants :

$$\begin{cases} k_{MT}^{int} = \frac{r_0 K_n [4f_2 \mu_0 (k_2 - k_0) + k_0 (3k_2 + 4\mu_0)] + 12k_0 \mu_0 k_2 (1 - f_2)}{r_0 K_n [3f_2 (k_2 - k_0) + 3k_2 + 4\mu_0] + 3k_2 (3f_2 k_0 + 4\mu_0)} \\ \mu_{MT}^{int} = \mu(k_0, \mu_0, k_2, \mu_2, f_2, r_0, K_n, K_t) \end{cases} \quad (2.30)$$

L'expression du module de cisaillement est trop lourde pour être reportée ici. On obtient donc que le module de compressibilité dépend, en plus des modules élastiques des différentes phases, de la quantité  $r_0 K_n$ . En effet, la raideur d'interface s'exprimant en  $Pa.m^{-1}$ , cette raideur intervient conjointement à une longueur caractéristique, ici  $r_0$ , pour maintenir l'homogénéité de l'expression des modules. On introduit donc ici un effet de taille des inclusions. Le module de cisaillement dépend en plus de la quantité  $r_0 K_t$ .

#### 2.4.5 ITZ et homogénéisation : modèle avec interfaces imparfaites

Utilisons donc le modèle précédent afin de prendre en compte la présence de l'ITZ dans le mortier. Les valeurs des coefficients mis en jeu dans le schéma sont tirés de [162]. Reste à déterminer les valeurs des raideurs d'interface  $K_n$  et  $K_t$ . Pour cela, nous allons procéder par calcul inverse. On exprime en effet le module d'Young  $E_{mor}^{int}$  de la microstructure considérée en utilisant les expressions 2.30 notées  $k_{mor}^{int}$  et  $\mu_{mor}^{int}$ . L'expression 2.25 permet de faire le lien entre module d'Young et modules de compressibilité et de cisaillement. On peut donc, en utilisant les résultats expérimentaux de [162], par calcul inverse, déterminer les raideurs d'interface permettant de retrouver ces résultats. Ne disposant que de la valeur du module d'Young du mortier, et devant déterminer deux inconnues, le choix  $K_n = K_t$  a été effectué. Le tableau 2.25 donne alors, pour chaque fraction volumique de sable considérée, la valeur de la raideur normale  $K_n$  permettant de retrouver la valeur expérimentale. Il donne aussi le coefficient adimensionnel  $\frac{r_0 K_n}{k_{pâte}}$ .

$f_s$	$E_{mortier} (GPa)$	$K_n (10^5 GPa.m^{-1})$	$\frac{r_0 K_n}{k_{pâte}}$
0	20.8		
0.1	22.3	4.29	8.4
0.2	24.1	4.73	9.2
0.3	26.4	5.28	10.3
0.4	29.3	6.43	12.5
0.5	32.4	7.06	13.8

FIGURE 2.25 – Résultats du calcul inverse de la raideur normale des interfaces  $K_n$  des grains de sable dans les mortiers étudiés.

On observe ici que la raideur d'interface permettant de retrouver les résultats expérimentaux augmente avec la fraction volumique de sable. Cela signifie que les propriétés mécaniques de l'ITZ sont meilleures quand la fraction volumique de granulats augmente. Nous ne disposons pas ici de valeurs expérimentales confirmant ce résultat. Néanmoins, au regard des résultats de [162] sur la figure 2.23, on observe ce même résultat. En effet il considère que l'élasticité de l'ITZ est indépendante de la fraction volumique de sable. Néanmoins, ses résultats montrent qu'à

## 2.4 Estimation des propriétés élastiques du mortier

propriétés élastiques de l'ITZ données (rapport de proportionnalité  $a$  constant), l'estimation obtenue donne lieu à deux observations :

- soit elle estime bien le module d'Young à faible fraction volumique de sable  $f_s$ , mais le sous-estime à fortes fractions volumiques : l'élasticité de l'ITZ est donc bien choisie à faible  $f_s$ , mais sous-estimée à forte  $f_s$ .
- soit elle surestime le module d'Young à faible fraction volumique de sable, mais l'estime de manière satisfaisante à fortes fractions volumiques : l'élasticité de l'ITZ est donc bien choisie à forte  $f_s$ , mais sur-estimée à forte  $f_s$ .

Les résultats sont donc similaires à ceux obtenus avec le modèle avec interfaces : il semble que les propriétés mécaniques de l'ITZ soient meilleures à fortes fractions volumiques de granulats. On peut intuitivement ce résultat en se rappelant l'origine de l'ITZ. Cette zone de faiblesse provient du défaut d'empilement des grains de ciment en périphérie des granulats. L'idée est que les granulats, de part leur plus grande taille, perturbent l'empilement des grains de ciment qui conduit à une zone plus poreuse. Or à fortes fractions volumiques d'inclusions, la perturbation liée à la présence d'un granulat est limitée par le caractère *confinant* lié à la proximité des autres granulats. Ainsi l'empilement des grains de ciment est moins perturbé et l'ITZ a des propriétés se rapprochant des propriétés de la pâte *bulk*.

On peut d'ailleurs tenter de donner une loi d'évolution de la raideur de l'interface en fonction de la fraction volumique de sable. Au regard des valeurs obtenues par calcul inverse pour les fractions volumiques de sable testées expérimentalement, la raideur d'interface  $K_n$  semble varier linéairement avec cette fraction volumique (voir figure 2.26). On peut donc effectuer une régression linéaire sur ces valeurs et obtenir la loi d'évolution suivante :  $K_n = 7.2410^5 f_s + 3.3810^5$ . En appliquant cette loi d'évolution on retrouve alors les valeurs expérimentales du module d'Young du mortier et on peut étendre ces valeurs à des fractions volumiques plus élevées, en gardant toutefois en mémoire que le schéma de Mori-Tanaka n'est pas à priori adapté à ces fractions.

Nous pourrions nous poser la question de la possibilité de lier ces deux modélisations (voir A).

Étant donnés les avantages du modèle à interfaces imparfaites, nous continuerons d'opter pour ce modèle dans la suite de ce travail.

### 2.4.6 Coefficient de Biot homogénéisé

Ici nous cherchons à estimer les propriétés poro-élastiques homogénéisées d'un milieu hétérogène, et notamment le coefficient de Biot. Nous nous intéressons donc à la loi de comportement en poro-élasticité exposée au 1.2.1. Elle a été écrite sous forme scalaire pour des comportements isotropes, on peut la réécrire de manière tensorielle pour tout type de comportement macroscopique :

$$\Sigma = \mathbb{C} : \mathbb{E} - P \mathbf{B} \quad (2.31)$$

où  $\mathbb{C}$  est le tenseur des modules élastiques macroscopiques,  $\mathbf{B}$  est le tenseur de Biot. Pour un milieu isotrope, il s'écrit :  $\mathbf{B} = B \mathbf{1}$ , où  $B$  est le coefficient de Biot présenté au 1.2.1. Cette relation macroscopique a bien entendu son pendant microscopique :

$$\sigma = \mathbb{C} : \varepsilon - p \mathbf{b} \quad (2.32)$$

On s'intéresse ici à un milieu microscopiquement et macroscopiquement isotrope. L'objectif est d'estimer le coefficient de Biot homogénéisé du mortier selon le schéma de Mori-Tanaka connaissant celui de la matrice cimentaire.

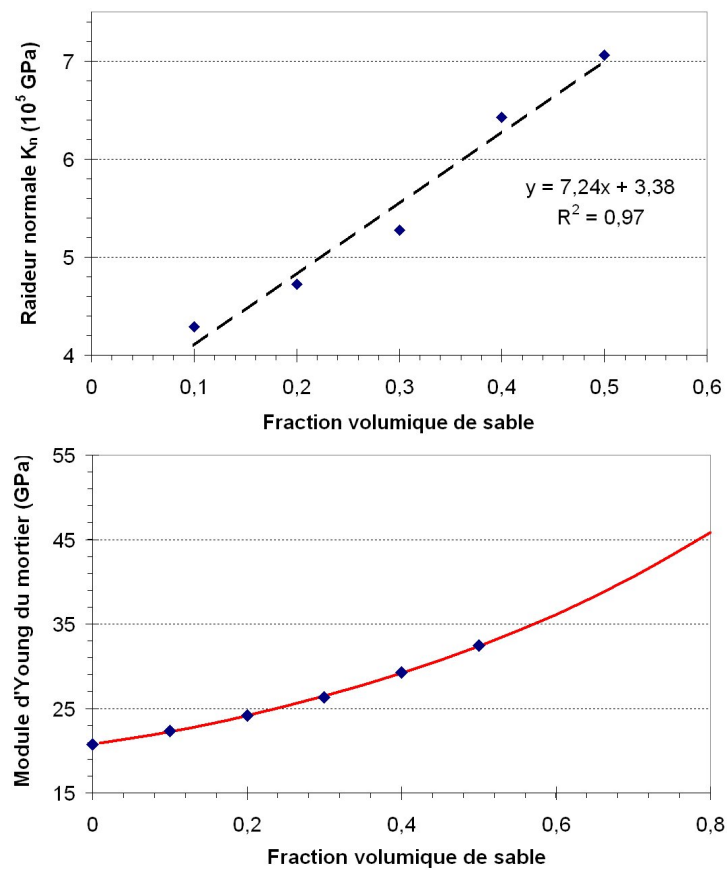


FIGURE 2.26 – En haut, régression linéaire sur les valeurs des raideurs normales  $K_n$  de l'interface obtenues par calcul inverse pour différentes fractions volumiques de sable. En bas, utilisation de la loi linéaire pour le calcul du module d'Young du mortier en fonction de la fraction volumique de sable.

### Élasticité linéaire avec état initial non naturel

On cherche d'abord ici à résoudre sur le VER  $\Omega$  un problème d'élasticité avec précontrainte. On se place dans la situation d'un chargement en déformation homogène au contour du VER  $\mathbf{E}$ . Le comportement local est le suivant :

$$\sigma_{(\underline{x})} = \mathbb{C}_{(\underline{x})} : \varepsilon_{(\underline{x})} + \sigma_{(\underline{x})}^p \quad (2.33)$$

Dans ce qui suit la précontrainte  $\sigma_{(\underline{x})}^p$  est quelconque. En particulier, dans le cadre de la théorie des milieux poreux, la précontrainte qui nous intéressera sera celle due à la pression  $p$  présente dans les pores,  $-p \cdot \mathbf{b}_{\underline{x}}$ , où  $\mathbf{b}_{\underline{x}}$  est le tenseur des coefficients de Biot locaux.

Le problème  $\mathcal{P}$  à résoudre est le suivant :

$$\begin{cases} \operatorname{div} \sigma = \mathbf{0} & \text{sur } \Omega \\ \underline{\mathbf{u}} = \mathbf{E} \cdot \underline{\mathbf{x}} & \text{sur } \partial\Omega \\ \sigma = \mathbb{C} : \varepsilon + \sigma^p \\ \varepsilon = \frac{1}{2}(\operatorname{grad} \underline{\mathbf{u}} + \operatorname{grad}^T \underline{\mathbf{u}}) \end{cases} \quad (2.34)$$

Le comportement étant linéaire, on utilise le théorème de superposition pour décomposer le problème  $\mathcal{P}$  en deux problèmes  $\mathcal{P}'$  et  $\mathcal{P}''$ . Le premier où l'on applique le chargement  $\mathbf{E}$  au contour avec une précontrainte nulle, le second où le chargement est nul et la précontrainte est  $\sigma^p$ . La décomposition du problème est explicitée sur la figure 2.27. Soient  $\sigma'$  et  $\varepsilon'$  (respectivement

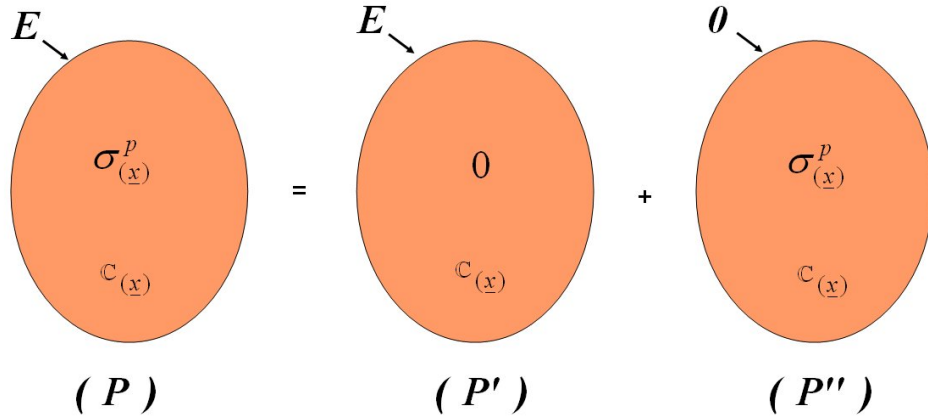


FIGURE 2.27 – Décomposition du problème  $\mathcal{P}$  en deux sous-problèmes  $\mathcal{P}'$  et  $\mathcal{P}''$ .

$\sigma''$  et  $\varepsilon''$ ) les champs de contrainte et déformation solutions du problème  $\mathcal{P}'$  (respectivement  $\mathcal{P}''$ ). La solution du problème  $\mathcal{P}$  s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \mathcal{P} &= \mathcal{P}' + \mathcal{P}'' \\ \sigma &= \sigma' + \sigma'' \\ \varepsilon &= \varepsilon' + \varepsilon'' \end{aligned} \quad (2.35)$$

On cherche à déterminer la loi de comportement macroscopique de ce milieu. Pour cela on écrit la règle de moyenne sur les contraintes :

$$\Sigma = \bar{\sigma} = \bar{\sigma}' + \bar{\sigma}'' \quad (2.36)$$

On remarque que le problème  $\mathcal{P}'$  correspond au problème présenté au 1.2.2. C'est le problème du comportement mécanique d'un VER hétérogène sans précontrainte. On peut donc écrire :

$$\begin{aligned} \varepsilon' &= \mathbb{A} : \mathbf{E} \\ \bar{\sigma}' &= \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E} \end{aligned} \quad (2.37)$$

Le comportement macroscopique comprend donc une partie linéaire fonction du chargement  $\mathbf{E}$  et une précontrainte macroscopique :

$$\Sigma = \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E} + \Sigma^p \quad (2.38)$$

où  $\Sigma^p = \overline{\sigma''}$ . On explicite cette précontrainte macroscopique en utilisant le Lemme de Hill pour le couple  $(\sigma'', \varepsilon')$  :

$$\overline{\sigma'' : \varepsilon'} = \overline{\sigma''} : \overline{\varepsilon'} = \Sigma^p : \mathbf{E} \quad (2.39)$$

mais aussi, en écrivant que  $\sigma'' = \mathbb{C} : \varepsilon'' + \sigma^p$  :

$$\begin{aligned} \overline{\sigma'' : \varepsilon'} &= \overline{\varepsilon'' : \mathbb{C} : \varepsilon' + \sigma^p : \varepsilon'} \\ &= \overline{\varepsilon'' : \sigma'} + \overline{\sigma^p : \varepsilon'} \end{aligned} \quad (2.40)$$

On utilise alors le lemme de Hill :  $\varepsilon''$  est cinématiquement admissible avec une déformation nulle au contour, et  $\sigma'$  est équilibré. On a donc :  $\overline{\varepsilon'' : \sigma'} = \overline{\varepsilon''} : \overline{\sigma'} = 0$  car  $\overline{\varepsilon''} = 0$ . De plus,  $\varepsilon' = \mathbb{A} : \mathbf{E}$ , on obtient donc :

$$\overline{\sigma'' : \varepsilon'} = \overline{\sigma^p : \mathbb{A} : \mathbf{E}} = \overline{\sigma^p} : \mathbb{A} : \mathbf{E} \quad (2.41)$$

Finalement, on tire des relations 2.39 et 2.41 :

$$\Sigma^p = \overline{\sigma^p} : \mathbb{A} \quad (2.42)$$

On obtient ainsi l'expression de la précontrainte macroscopique, qui n'est pas la moyenne directe des précontraintes microscopiques dans le cas général comme le tenseur de rigidité homogénéisé n'était pas la moyenne directe des tenseurs de rigidité locaux. On peut aussi réécrire la loi de comportement macroscopique en terme de déformation libre macroscopique :

$$\Sigma = \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E} + \Sigma^p = \mathbb{C}_{hom} : (\mathbf{E} - \mathbf{E}_L) \quad (2.43)$$

où  $\mathbf{E}_L$  est la déformation libre macroscopique (c'est la déformation du milieu en l'absence de contrainte macroscopique : la déformation thermique en est un exemple). On peut reprendre le développement précédent dans le cas d'un problème avec des conditions homogènes en contraintes  $\Sigma$  au contour. Le comportement local s'écrit alors :  $\sigma = \mathbb{C} : \varepsilon + \varepsilon_L$ . La loi de comportement macroscopique s'écrit :

$$\mathbf{E} = \mathbb{S}_{hom} : \Sigma + \mathbf{E}_L \quad (2.44)$$

avec :

$$\mathbf{E}_L = \overline{\varepsilon_L} : \mathbb{B} \quad (2.45)$$

La cohérence entre les deux approches est vérifiée à condition que  $\mathbb{S}_{hom} = \mathbb{C}_{hom}^{-1}$ . Cette égalité est supposée valable sous l'hypothèse de séparation d'échelle. En effet, Hill [77] et Mandel ont montré que :

$$\mathbb{C}_{hom} : \mathbb{S}_{hom} = \mathbb{I} + \mathcal{O}\left(\left(\frac{d}{l}\right)^3\right) \quad (2.46)$$

où  $d$  et  $l$  sont les dimensions des hétérogénéités et du VER respectivement.

### Coefficient de Biot homogénéisé

On applique les résultats précédents au calcul du tenseur de Biot homogénéisé. Plaçons nous par exemple dans le cas d'un matériau poreux simple, constitué d'une matrice homogène élastique linéaire isotrope ( $k_s, \mu_s$ ) et de pores saturés d'un fluide à pression  $p$ . On note  $\varphi$  la porosité de ce milieu. On peut donc utiliser directement ce qui a été fait précédemment ( $\sigma^p = \mathbf{0}$  dans la matrice solide,  $\sigma^p = -p \mathbf{1}$  dans l'espace poreux). On a donc :

$$\Sigma^p = -p \mathbf{B}_{hom} = \overline{\sigma^p} : \mathbb{A} = -p \varphi \mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^p \quad (2.47)$$

## 2.5 Application au mortier étudié

où  $\overline{\mathbb{A}}^p$  est la moyenne du tenseur de concentration des déformations dans la phase poreuse. On a donc :

$$\mathbf{B}_{hom} = \varphi \mathbf{1} : \overline{\mathbb{A}}^p \quad (2.48)$$

Dans le cas de pores sphériques, l'utilisation du schéma de Mori-Tanaka pour l'estimation de  $\overline{\mathbb{A}}^p$  donne l'expression du coefficient de Biot isotrope :

$$B_{hom} = \frac{\varphi(3k_s + 4\mu_s)}{(3\varphi k_s + 4\mu_s)} \quad (2.49)$$

Dans le cas du milieu poreux présenté au 1.2.2, où  $k_s = 100 \text{ MPa}$  et  $\mu_s = 50 \text{ MPa}$ , on peut tracer l'évolution du coefficient de Biot homogénéisé en fonction de la porosité (voir figure 2.28).

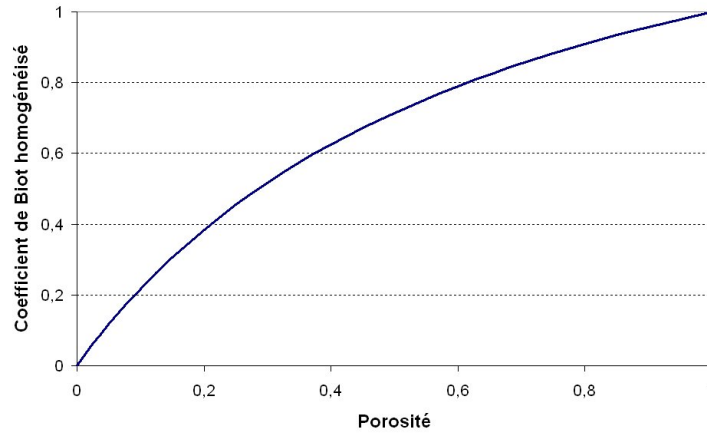


FIGURE 2.28 – Estimation du coefficient de Biot homogénéisé donné par le schéma de Mori-Tanaka dans le cas d'un matériau composé d'une matrice solide ( avec  $k_s = 100 \text{ MPa}$  et  $\mu_s = 50 \text{ MPa}$  ) et de pores sphériques.

## 2.5 Application au mortier étudié

### 2.5.1 Estimation des propriétés élastiques

Nous allons appliquer ici le schéma de Mori-Tanaka avec des inclusions à interfaces imparfaites pour estimer les propriétés élastiques du mortier étudié ici (mortier M58) et par [30] (voir détail au 1.3.1). On cherche à déterminer les raideurs d'interface permettant de retrouver les résultats exprimés au 2.27. Prenant  $E_m = 15,3 \text{ GPa}$  et  $\nu_m = 0,18$  pour la matrice cimentaire,  $E_s = 90 \text{ GPa}$  et  $\nu_s = 0,17$  pour les grains de sable, sous l'hypothèse  $K_t = K_n$ , avec un rayon moyen des grains de sable  $r_s = 365 \mu\text{m}$ , on retrouve le module d'Young expérimental pour  $K_{n60} = 64,9 \cdot 10^4 \text{ GPa.m}^{-1}$  (sous l'hypothèse  $K_t = \frac{3}{8}K_n$ , cette valeur est portée à  $105,9 \cdot 10^4 \text{ GPa.m}^{-1}$ ). Les résultats ainsi obtenus sont les suivants :

$$E_{mor60} = 32,5 \text{ GPa} \quad \nu_{mor60} = 0,16 \quad k_{mor60} = 15,9 \text{ GPa} \quad \mu_{mor60} = 14,0 \text{ GPa} \quad (2.50)$$

### 2.5.2 Estimation du coefficient de Biot

Nous cherchons ici à estimer le coefficient de Biot du mortier étudié en utilisant le schéma de Mori-Tanaka. Le principe de calcul a été présenté au 2.4.6. Le milieu est constitué d'une matrice cimentaire et d'inclusions de sable. Comme nous l'avons évoqué précédemment, on ne



considère pas de pores à cette échelle, toute la porosité étant incluse dans la matrice. Aussi, nous allons prendre en compte le comportement poro-élastique de la matrice, au travers d'un coefficient de Biot  $b_m$ . Sa mesure sur la pâte a été effectuée dans ce travail et sera présentée plus loin. Nous avons obtenu  $b_m = 0,74$ . Ici il faut donc considérer une précontrainte dans la matrice, les grains de sable n'ayant pas de comportement poro-élastique. Le tenseur des coefficients de Biot homogénéisés est donné par la relation :

$$\mathbf{B}_{mor} = (1 - f_s)b_m \mathbf{1} : \bar{\mathbb{A}}^m \quad (2.51)$$

L'utilisation du schéma de Mori-Tanaka pour l'estimation de  $\bar{\mathbb{A}}^m$  et le caractère isotrope des différentes phases nous fournit l'expression du coefficient de Biot homogénéisé, dans le cas d'interfaces parfaites :

$$B_{mor}^{parf} = \frac{(1 - f_s)b_m(3k_s + 4\mu_m)}{3k_s(1 - f_s) + 3f_sk_m + 4\mu_m} \quad (2.52)$$

L'application numérique dans le cas présent nous donne :  $B_{mor}^{parf} = 0,52$ . La valeur trouvée expérimentalement par [31] est  $B_{mor60} = 0,64$ . Elle est calculée à partir de la relation  $b = 1 - \frac{K_b}{K_s}$ . Les valeurs expérimentales obtenues sont des valeurs moyennes, avec des variations de 7 % pour  $K_{b60}$  et 10 % pour  $K_{s60}$ . L'estimation obtenue diffère de 19 % de la valeur expérimentale, l'écart paraît donc important. Néanmoins, nous n'avons pas pris en compte ici l'effet des interfaces imparfaites et donc de l'ITZ. Prenant en compte cet effet, l'estimation de  $\bar{\mathbb{A}}^m$  comporte alors cette information et le résultat obtenu, en supposant que seule la matrice a un comportement poro-élastique, est le suivant :

$$B_{mor}^{int} = \frac{(1 - f_s)b_m(r_s K_n(3k_s + 4\mu_m) + 12k_s\mu_m)}{3r_s K_n k_s(1 - f_s) + (r_s K_n + 3k_s)(3f_sk_m + 4\mu_m)} \quad (2.53)$$

L'application numérique au cas présent avec  $K_{n60} = 64,9.10^4 \text{ GPa}$  donne  $B_{mor}^{int} = 0,46$ . On peut d'ailleurs s'intéresser à l'évolution du coefficient de Biot en fonction de la raideur normale d'interface  $K_n$ . Comme on peut le voir sur la figure 2.29, le coefficient de Biot varie entre 2

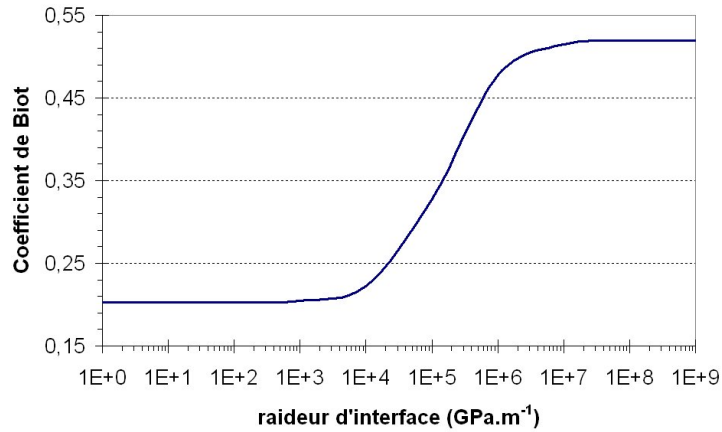


FIGURE 2.29 – Evolution du coefficient de Biot dans le cas du mortier M58 étudié en fonction de la raideur normale de l'interface.

valeurs limites, pour le cas où  $K_n \rightarrow 0$  et le cas  $K_n \rightarrow \infty$ . Le premier cas limite correspond au cas où l'interface ne transmet plus d'effort (les inclusions de sable ne contribuent alors plus aux propriétés élastiques macroscopiques et équivalent mécaniquement à des pores vides). Le deuxième cas correspond aux interfaces parfaites, et l'on retrouve le résultat 2.52.

## 2.5 Application au mortier étudié

Cependant, cette dernière modélisation est-elle satisfaisante pour rendre compte de l'influence de l'ITZ ? Comme nous l'avons évoqué précédemment, l'ITZ est une zone en périphérie des granulats où la pâte est plus poreuse. Ses propriétés mécaniques sont donc plus faibles. Et comme on peut le voir sur la figure 2.28, plus un milieu est poreux et plus son coefficient de Biot sera élevé. De ce fait, il convient d'affecter un comportement poro-élastique à l'ITZ, avec des propriétés mécaniques plus faibles et un coefficient de Biot plus élevé que la pâte *bulk*. Aussi, dans le modèle de double inclusion, cela revient à affecter ces propriétés à la coque sphérique autour des inclusions. La coefficient de Biot homogénéisé sera alors obtenu en utilisant le théorème de Levin comme précédemment. Dans un modèle avec interfaces imparfaites, qui peut être vu comme limite du modèle à double inclusion, cela revient à conférer à l'interface un comportement poro-élastique. Notant  $b_{itz}$  le coefficient de Biot de la coque sphérique représentant l'ITZ, on peut alors réécrire la loi de comportement de l'interface (2.28) comme suite :

$$\underline{\mathbf{T}} = \mathbf{K} \cdot \llbracket \underline{\xi} \rrbracket - b_{itz} p \underline{n} \quad (2.54)$$

où  $\underline{n}$  est le vecteur normal à l'interface au point considéré. On cherche alors à résoudre le problème d'Eshelby généralisé où la matrice est le siège d'une précontrainte  $-b_m p \mathbf{1}$  et l'interface du *pré-chargement*  $-b_{itz} p \underline{n}$ , le milieu étant soumis à la déformation auxiliaire sphérique  $\mathbf{E}_0 = E_0 \mathbf{1}$ . Les inclusions sphériques de rayon  $r_s$  ne sont pas, elles, le siège d'une précontrainte. La solution en déplacement du problème est cherchée sous la forme :  $\underline{u}_i = (\alpha_i r + \frac{\beta_i}{r^2}) \underline{e}_r$  dans chacune des phases ( $i = s$  ou  $m$ ), où  $\underline{e}_r$  est le vecteur radial de la base sphérique. On écrit alors la continuité de la contrainte au passage de l'interface et la loi de comportement de l'interface, sachant que pour  $r \rightarrow 0$ , on écrit que le déplacement est fini ( $\beta_s = 0$ ) et que pour  $r \rightarrow \infty$ , le déplacement vérifie  $\underline{u}_{r \rightarrow \infty} = \mathbf{E}_0 \cdot \underline{x}$  (d'où  $\alpha_m = E_0$ ) :

$$\begin{aligned} \text{en } r = r_s : \quad & ((\mathbb{C}_m : \varepsilon - b_m p \mathbf{1}) - \sigma_s) \cdot \underline{e}_r = \underline{0} \\ \text{en } r = r_s : \quad & (K_n \cdot (u_m - u_s) - b_{itz} p) \underline{e}_r - \sigma_s \cdot \underline{e}_r = \underline{0} \end{aligned} \quad (2.55)$$

On a ici deux équations indépendantes pour deux inconnues  $a_s$  et  $b_m$ . On peut donc résoudre ce problème et déterminer la solution en déplacement dans chacune des phases. On calcule ensuite la déformation moyenne dans l'ensemble (grain + interface) par :

$$\overline{\varepsilon}_{GUI} = \frac{1}{|\Omega_s|} \int_{|\partial\Omega_s|} \underline{e}_r \otimes^s \underline{u}_{m=r_s} dS \quad (2.56)$$

où  $a \otimes^s b = \frac{1}{2}(a \otimes b + b \otimes a)$  est le produit tensoriel symétrisé. La déformation macroscopique se calcule alors comme la moyenne des déformations microscopiques, la déformation dans la matrice étant prise égale à la déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$  :

$$\mathbf{E} = \bar{\varepsilon} = f_s \overline{\varepsilon}_{GUI} + (1 - f_s) \mathbf{E}_0 \quad (2.57)$$

On peut ainsi déterminer l'expression de  $\mathbf{E}_0$ . On calcule maintenant la contrainte moyenne dans les inclusions :

$$\overline{\sigma}_G = \overline{\sigma}_{GUI} = \frac{1}{|\Omega_s|} \int_{|\partial\Omega_s|} r_s \underline{e}_r \otimes^s \underline{T} dS \quad (2.58)$$

où  $\underline{T} = (K_n \cdot (u_m - u_s)_{r=r_s} - b_{itz} p) \underline{e}_r$ . La contrainte macroscopique est la moyenne des contraintes microscopiques :

$$\Sigma = \bar{\sigma} = f_s \overline{\sigma}_G + (1 - f_s) (\mathbb{C}_m : \mathbf{E}_0 - b_m p \mathbf{1}) \quad (2.59)$$

On cherche maintenant l'expression du coefficient de Biot homogénéisé  $B_{hom}^{int}$ . On écrit que  $-B_{hom}^{int} p \mathbf{1}$  est la contrainte macroscopique que subit le milieu à déformation macroscopique  $\mathbf{E}$

nulle. On tire donc l'expression de la déformation auxiliaire correspondant au cas  $\mathbf{E}$  nulle de l'expression 2.57, et on l'injecte dans la relation 2.59 pour obtenir l'expression de  $B_{hom}^{int}$  :

$$B_{hom}^{int} = B_{hom_{b_{itz}=0}}^{int} + \frac{3f_s k_s b_{itz} (3k_m + 4\mu_m)}{3r_s K_n k_s (1 - f_s) + (r_s K_n + 3k_s)(3f_s k_m + 4\mu_m)} \quad (2.60)$$

où  $B_{hom_{b_{itz}=0}}^{int}$  est l'expression obtenue au 2.53 en ayant négligé le comportement poro-élastique de l'interface (c'est à dire dans le cas  $b_{itz} = 0$ ). On voit donc que la prise en compte du comportement poro-élastique de l'ITZ ajoute un terme au coefficient de Biot homogénéisé. On considèrera ici par exemple que l'ITZ a un coefficient de Biot valant 1. On peut ainsi calculer avec les valeurs numériques précédemment citées la nouvelle estimation de Mori-Tanaka du coefficient de Biot homogénéisé  $B_{hom}^{int} = 0,60$ . La prise en compte dans la modélisation d'un comportement poro-élastique de l'interface améliore donc l'estimation.

Ce coefficient de Biot homogénéisé peut aussi être calculé à partir du modèle de double inclusion, où l'on utilise le théorème de Levin avec une précontrainte  $-b_{itz}p\mathbf{1}$  dans la coque sphérique, à partir des relations A.1 et en passant à la limite  $e \rightarrow 0$ . On retrouve alors bien la même expression. On peut alors s'intéresser à l'évolution de cette nouvelle estimation en fonction de la raideur d'interface.

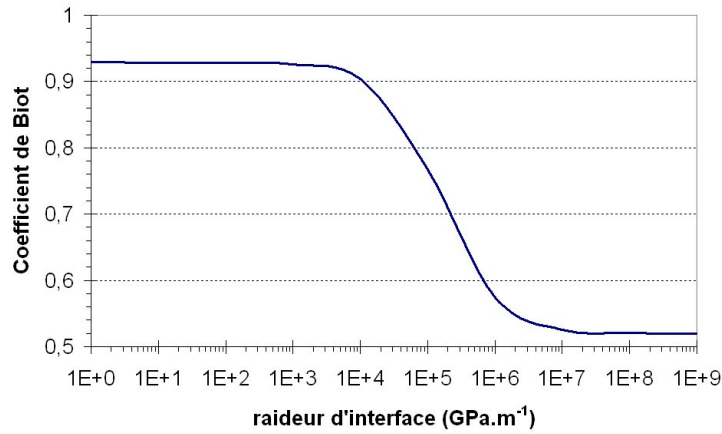


FIGURE 2.30 – Evolution du coefficient de Biot du mortier M58 étudié en fonction de la raideur normale de l'interface, pour un coefficient de Biot de l'interface  $b_{itz} = 1$ .

Comme on peut le voir sur la figure 2.30, et contrairement au résultat précédent (voir figure 2.29), le coefficient de Biot homogénéisé augmente lorsque la raideur d'interface diminue. En effet, dans le cas limite où  $K_n \rightarrow 0$ , l'inclusion joue le rôle mécanique d'un pore, mais cette fois, étant donné que l'on a conféré un comportement poro-élastique à l'interface, tout se passe comme si l'inclusion était un pore saturé à la pression  $b_{itz}p$ . Dans le cas  $K_n \rightarrow \infty$ , l'interface est parfaite et l'on retrouve le même résultat que précédemment.

### 2.5.3 Influence de la fraction volumique de sable

Nous avons présenté sur la figure 2.9 l'influence de la fraction volumique de sable sur la raideur du mortier. Nous avons obtenu une évolution non-linéaire pour des fractions volumiques  $\geq 30\%$ . Nous allons donc tester le schéma d'homogénéisation précédent pour estimer l'influence de cette fraction volumique. On peut observer sur la figure 2.31 deux estimations de Mori-Tanaka : l'une avec des interfaces parfaites, l'autre en considérant des interfaces avec une raideur  $K_n$  indépendante de la fraction volumique de sable et prise égale à celle permettant de retrouver les résultats expérimentaux pour  $f_s = 0,58$ .

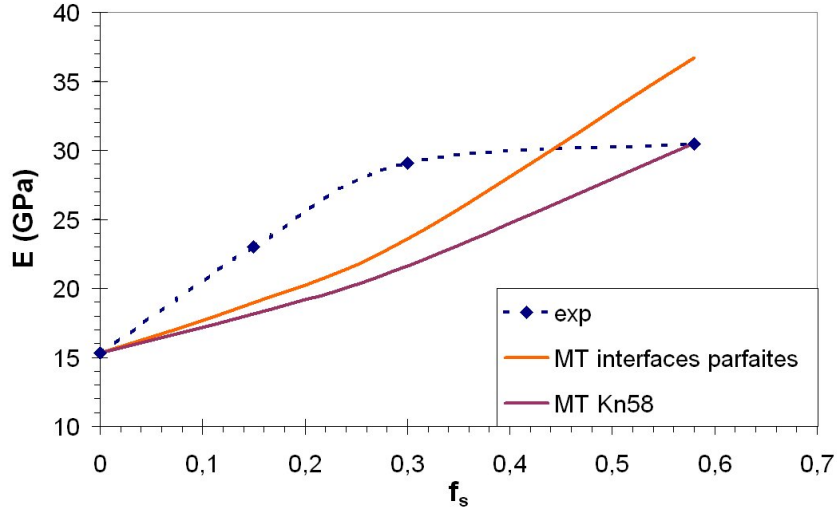


FIGURE 2.31 – Comparaison de deux estimations de Mori-Tanaka (l’une avec interfaces parfaites, l’autre avec une raideur d’interface  $K_n$  indépendante de  $f_s$ ) avec les résultats expérimentaux obtenus en compression simple.

On peut voir que les estimations sous-estiment énormément les modules expérimentaux pour  $f_s$  égal à 0,15 et 0,3, que l’on utilise un schéma avec interfaces parfaites ou non. Or le schéma de Mori-Tanaka est logiquement adapté à ces fractions volumiques. Une explication possible peut venir du choix du module d’Young de la pâte de ciment utilisé dans le schéma de Mori-Tanaka. Nous l’avons pris égal au module expérimental obtenu sur des échantillons de pâte. Or, le séchage a un impact majeur. On peut alors se poser la question de l’influence de la fraction volumique de sable sur la raideur de la pâte dans le mortier. On peut par exemple, par calcul inverse, déterminer le module d’Young de la pâte permettant de retrouver les résultats expérimentaux sur mortier (voir figure 2.32), pour les deux schémas évoqués précédemment.

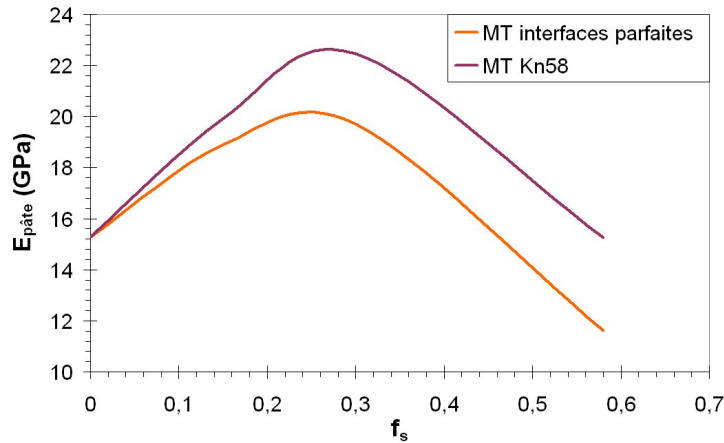


FIGURE 2.32 – Calcul inverse du module d’Young de la pâte de ciment pour deux estimations de Mori-Tanaka (l’une avec interfaces parfaites, l’autre avec une raideur d’interface  $K_n$  indépendante de  $f_s$ ).

Au vu de ces résultats, on peut se demander si une faible fraction volumique de sable ne protège pas la pâte des effets du séchage, alors qu’une forte fraction volumique anéantit cet effet protecteur. En toute rigueur, et sous réserve que le schéma d’homogénéisation soit suffisamment

précis, l'exploitation des résultats expérimentaux sur mortier utilisés en vue d'obtenir, par analyse inverse, les caractéristiques mécaniques de la pâte devraient conduire à un module d'Young  $E_{p\grave{a}te}$  uniforme si les inclusions n'induisaient pas une modification de la pâte. Or la figure 2.32 fait clairement apparaître que l'effet des inclusions est loin d'être négligeable. Des essais de nanoindentation sur mortier permettraient de répondre à cette question. Si cela se confirmait, la possibilité de passer de la pâte de ciment au mortier de manière prédictive s'avèrerait alors très complexe, puisqu'il faudrait être capable d'introduire dans un modèle le rôle des grains de sable lors de l'hydratation et du séchage du mortier.

### 2.5.4 Commentaires sur les modélisations réalisées

Les modèles qui ont été présentés ici en vue d'estimer les propriétés poro-élastiques du mortier M58 reposent sur la prise en compte de l'ITZ. L'écart entre l'estimation simple de Mori-Tanaka d'un biphasé matrice - grains de sable et les résultats expérimentaux a été attribué à la présence de l'ITZ. Néanmoins, il convient de garder en mémoire que les valeurs expérimentales proviennent d'échantillons séchés à  $60^{\circ}C$ , et nous avons vu au 2.3 qu'un tel séchage avait des conséquences mécaniques importantes qui ont pour effet une diminution des propriétés élastiques. Ainsi, les modélisations qui ont été réalisées ici ne prennent pas en compte d'endommagement lié au séchage, autrement que par une dégradation de l'ITZ et/ou de l'interface grains de sable - pâte. On néglige donc la microfissuration matricielle potentiellement induite par le séchage. Cette simplification semble satisfaisante au regard des résultats d'essais hydrostatiques sur mortier séché à  $60^{\circ}C$  [31]. Ainsi on ne voit pas d'effet de la pression de confinement sur les modules poro-élastiques, et il n'y a donc pas de signature notable de microfissuration. En effet, en présence de microfissures, le confinement permet de refermer partiellement ou complètement ces fissures ; la mesure des modules poro-élastiques est alors sensible au confinement. De plus, nous avons utilisé pour les modèles appliqués au mortier M58 les résultats expérimentaux obtenus sur la pâte de ciment. Il conviendrait d'effectuer des essais de nanoindentation sur ces échantillons pour s'assurer de cette hypothèse.

## Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre nous avons introduit les techniques expérimentales utilisées dans ce travail de thèse pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Nous avons alors présenté les résultats expérimentaux obtenus par [30] sur le mortier M58 séché à  $60^{\circ}C$ . Nous avons ensuite utilisé un schéma d'homogénéisation de Mori-Tanaka pour estimer ses propriétés élastiques. Le rôle de l'ITZ a été évoqué pour expliquer les différences entre modèle et expérience, et un modèle avec interfaces imparfaites a ainsi permis de rendre compte de cet effet. Par ailleurs, l'influence de la fraction volumique de sable a été étudiée. Il apparaît que l'application du même schéma pour diverses fractions volumiques de sable, à propriétés mécaniques constantes, ne permet pas de retrouver les résultats expérimentaux. La question du rôle des grains de sable sur les propriétés mécaniques de la pâte a alors été évoquée, et la possibilité de passer de la pâte au mortier par un schéma d'homogénéisation a été questionnée.

## Chapitre 3

# Propriétés élastiques de la pâte de ciment sèche

*Ce chapitre présente l'application des techniques expérimentales et de modélisation choisies à la caractérisation mécanique des pâtes de ciment. Comme au chapitre précédent, on s'intéressera plus particulièrement au comportement de ce matériau à l'état sec de référence à 60°C.*

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>La pâte de ciment durcie . . . . .</b>	<b>74</b>
3.1.1	Les différents ciments . . . . .	74
3.1.2	Microstructure de la pâte durcie . . . . .	74
3.1.3	Paramètres influant sur les propriétés élastiques . . . . .	80
<b>3.2</b>	<b>Mesure des propriétés élastiques des pâtes étudiées . . . . .</b>	<b>85</b>
3.2.1	Résultats expérimentaux de compression simple . . . . .	85
3.2.2	Résultats expérimentaux poro-mécaniques . . . . .	85
<b>3.3</b>	<b>Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment . . . . .</b>	<b>91</b>
3.3.1	Le schéma auto-cohérent . . . . .	91
3.3.2	Modèle d'hydratation . . . . .	93
3.3.3	Schéma d'homogénéisation . . . . .	95
3.3.4	Schéma d'homogénéisation avec des sphères CSH . . . . .	97
3.3.5	Coefficient de Biot homogénéisé . . . . .	102
3.3.6	Remarques sur le modèle proposé . . . . .	103

---

Nous allons ici nous intéresser au comportement élastique de la pâte de ciment. Nous adopterons la même démarche qu’au chapitre précédent, en étudiant les résultats expérimentaux obtenus sur ces matériaux et en proposant une modélisation micromécanique rendant compte de ces résultats. Par rapport au chapitre précédent, nous sommes en fait descendus d’une échelle dans la représentation multi-échelle des matériaux cimentaires proposée sur la figure 1.6 en supprimant les grains de sable. Il faut alors dans un premier temps étudier plus précisément la microstructure à cette échelle, et notamment la microstructure des CSH, point clé de la modélisation micromécanique de la pâte.

## **3.1 La pâte de ciment durcie**

### **3.1.1 Les différents ciments**

Il existe en réalité une très grande diversité de pâtes, dépendant du type de ciment choisi. La classification est régie par la norme NF EN 197-1 (voir figure 3.1). L’étude expérimentale menée porte sur un CEM II/B-M (LL-S) ; on voit qu’il s’agit d’un ciment Portland composé (la composition est précisée dans le tableau 1.24).

Les conclusions expérimentales obtenues porteront en premier lieu sur cette classe de matériau, et on gardera en mémoire que la terminologie *pâte de ciment* utilisée par la suite fera référence à cette classe. Une extension des résultats à d’autres classes nécessiterait de les tester.

### **3.1.2 Microstructure de la pâte durcie**

Un point crucial dans la compréhension et l’étude des matériaux est la caractérisation microstructurale. Précédemment, pour le mortier, nous avons vu que la représentation microstructurale à l’échelle du mortier était assez simple : des grains de sable dans une matrice cimentaire. Les techniques d’observation et de caractérisation actuelles permettent en effet de bien rendre compte de tels matériaux étant donnée leur échelle micrométrique. Néanmoins, ceci est plus délicat pour l’échelle nanométrique de la pâte de ciment où l’on considère les différents hydrates, principalement les CSH, la portlandite et les sulfoaluminates. Si les deux derniers sont bien cristallisés et possèdent donc une représentation assez claire, la structure moins définie des CSH pose encore question. Or la modélisation micromécanique nécessite de faire des choix sur la morphologie des constituants.

#### **Les sulfoaluminates**

Les mono-sulfoaluminates (AFm) et les tri-sulfoaluminates (AFt ou ettringite) résultent de l’hydratation des phases aluminates du clinker, principalement  $C_3A$  et  $C_4AF$ . Leur microstructure diffère toutefois. En effet les mono-sulfoaluminates se présentent sous la forme de feuillets plats hexagonaux de 4 à 10  $\mu m$  de diamètre (voir figure 3.2).

Les AFt ou l’ettringite ont une morphologie très différente, sous forme d’aiguilles à base hexagonale, de quelques  $\mu m$  de long (voir figure 3.3).

Cette anisotropie de forme a ainsi pour conséquence une anisotropie mécanique. Ainsi [145] a déterminé les modules élastiques d’un crystal d’ettringite naturel par spectroscopie. Le crystal a un comportement isotrope transverse, avec un module de 40 GPa dans la direction des aiguilles et 20 GPa dans les directions transverses.

#### **La portlandite**

La portlandite, représentant 10 à 25 % de la pâte, est un crystal sous forme de plaquettes hexagonales compactes. Elle est composée de feuillets d’octaèdres d’ions  $[Ca(OH)_6]^{4-}$  avec des

### 3.1 La pâte de ciment durcie

Principaux types	Notation des produits (types de ciment courant)		Composition (pourcentage en masse) <sup>a)</sup>										Constituants secondaires	
			Constituants principaux											
			Clinker	Laitier de haut fourneau	Fumée de silice	Pouzzolanes		Cendres volantes		Schiste calciné	Calcaire			
Naturelle	Naturelle calcinée	Siliceuse				Calcique								
			K	S	D <sup>b)</sup>	P	Q	V	W	T	L	LL		
CEM I	Ciment Portland	CEM I	95-100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5	
CEM II	Ciment Portland au laitier	CEM II/A-S	80-94	6-20	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5	
		CEM II/B-S	65-79	21-35	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Ciment Portland à la fumée de silice	CEM II/A-D	90-94	-	6-10	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Ciment Portland aux cendres volantes	CEM II/A-V	80-94	-	-	-	-	-	6-20	-	-	-	-	0-5
		CEM II/B-V	65-79	-	-	-	-	-	21-35	-	-	-	-	0-5
		CEM II/A-W	80-94	-	-	-	-	-	-	6-20	-	-	-	0-5
		CEM II/B-W	65-79	-	-	-	-	-	-	21-35	-	-	-	0-5
Ciment Portland composé <sup>c)</sup>	CEM II/A-M	80-94	6-20									0-5		
	CEM II/B-M	65-79	21-35									0-5		
CEM III	Ciment de haut fourneau	CEM III/A	35-64	36-65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM III/B	20-34	66-80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		CEM III/C	5-19	81-95	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
CEM IV	Ciment pouzzolanique <sup>c)</sup>	CEM IV/A	65-89	-	11-35					-	-	-	0-5	
		CEM IV/B	45-64	-	36-55					-	-	-	0-5	
CEM V	Ciment composé <sup>c)</sup>	CEM V/A	40-64	18-30	-	18-30			-	-	-	-	0-5	
		CEM V/B	20-38	31-50	-	31-50			-	-	-	-	0-5	

a) Les valeurs indiquées se réfèrent à la somme des constituants principaux et secondaires

b) La proportion de fumée de silice est limitée à 10%

c) Dans le cas des ciments Portland composés CEM III/A-M et CEM II/B-M, des ciments pouzzolaniques CEM IV/A et CEM IV/B et des ciments composés CEM V/A et CEM V/B, les constituants principaux, autres que le Clinker, doivent être déclarés dans la désignation du ciment (voir un exemple à l'article 8)

FIGURE 3.1 – Les différentes classes de ciment.

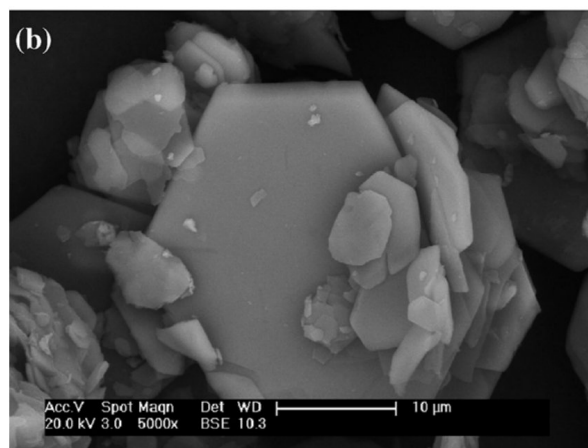


FIGURE 3.2 – Observation microscopique de cristaux d'AFm [98].



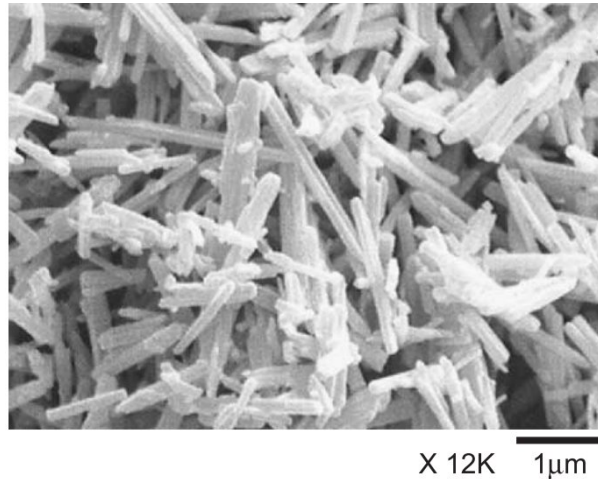


FIGURE 3.3 – Observation microscopique de cristaux d’ettringite [139].

molécules d’eau entre les feuillets [145].

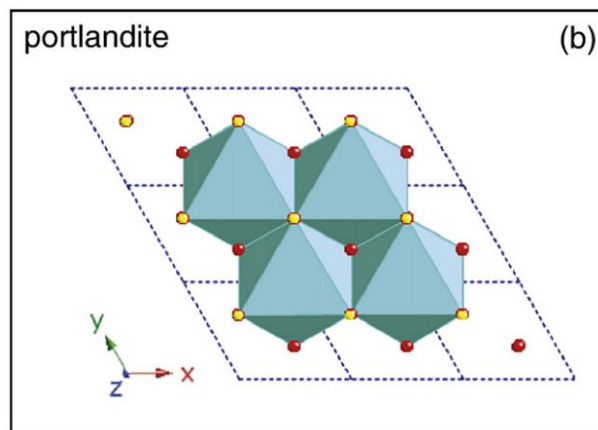


FIGURE 3.4 – Structure cristallographique de la portlandite [145]. Les sphères jaunes et rouges représentent respectivement des atomes d’oxygène et d’hydrogène entourant les octaèdres de calcium.

Ces cristaux ont une taille de quelques  $\mu m$ . Leur anisotropie de forme induit également une anisotropie mécanique. [144] a obtenu par spectroscopie les coefficients du tenseur d’élasticité d’un cristal de portlandite. Ce cristal a également un comportement isotrope transverse ( rapport de 3 entre les modules élastiques ), avec, contrairement à l’ettringite, une raideur plus forte dans le plan d’isotropie.

### Les CSH

Les CSH, constituants majoritaires de la pâte, ont une structure moins définie, très faiblement cristallisée, entre cristal et solide amorphe. La variété de ces hydrates est forte, avec un rapport C/S non unique (voir figure 1.4), et l’on emploie souvent la dénomination de *gel CSH*. Contrairement aux hydrates précédents, la structure et la morphologie des CSH font encore débat. Ainsi plusieurs représentations sont présentes dans la littérature. Nombreux modèles ont une représentation lamellaire des CSH. Le modèle de Powers et Brunauer [120] fut l’un des premiers. Le modèle de Feldman et Serada de 1968 complété par Sierra en 1974 [55, 141] est

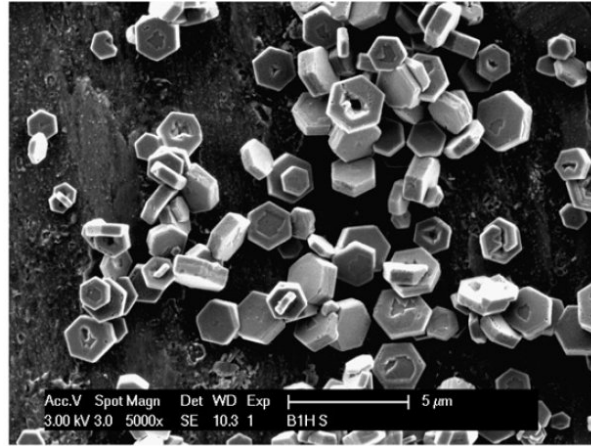


FIGURE 3.5 – Observation au microscope électronique à balayage de particules de portlandite [60].

très proche ; il propose en plus une description et un rôle plus précis des molécules d’eau. Les CSH sont ainsi vus comme un enchevêtrement de lamelles, chaque lamelle étant constituée de 2-3 feuillets parallèles. Des molécules d’eau sont présentes dans les espaces interfeuillets et sont également adsorbées en surface des lamelles.

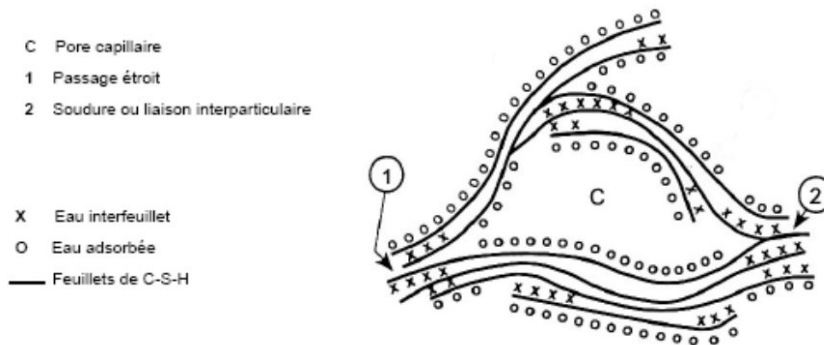


FIGURE 3.6 – Représentation lamellaire des CSH [55, 141]. On distingue notamment les molécules d’eau adsorbée en surface des lamelles et les molécules d’eau interfeuillet.

Une tentative a alors été de s’inspirer de la structure d’autres silicates de calcium hydratés naturels, tels la jennite mais surtout la tobermorite, qui diffèrent par leur rapport  $C/S$ . La tobermorite est ainsi constituée de feuillets composés d’une double couche d’octaèdres de calcium liés de part et d’autres à des chaînes de tétraèdres de silicium. Des molécules d’eau sont présentes entre deux feuillets dans un espace d’une épaisseur de 11 ou 14 Å. Nombreux modèles se basent ainsi sur une représentation des CSH semblable à la tobermorite. Le modèle de Taylor de 1986 [148] fut l’un des premiers. Il propose une nomenclature à deux types de CSH : les CSH (I) de  $C/S < 1$ , ayant une structure tobermoritique, et les CSH (II) de  $C/S > 1$ , ayant une structure semblable à la jennite. Par la suite, Richardson et Groves (1992) [128], Cong et Kirkpatrick (1996) [34] ont proposé une structure tobermoritique des CSH, ces derniers se basant sur des résultats d’expériences RMN et de diffraction aux rayons X sur des CSH de synthèse (voir figure 3.7).

La notion de particule de CSH tobermoritique est ainsi répandue. Par la suite, des observations au Microscope à Force Atomique (MFA) réalisées par Gauffinet et al [61, 109] ont illustré cette notion de particule lamellaire, en exhibant une nanostructure des CSH sous forme d’un objet de 60 nm de long, 30 nm de large et 5 nm de haut (voir figure 3.8). Cette épaisseur de 5

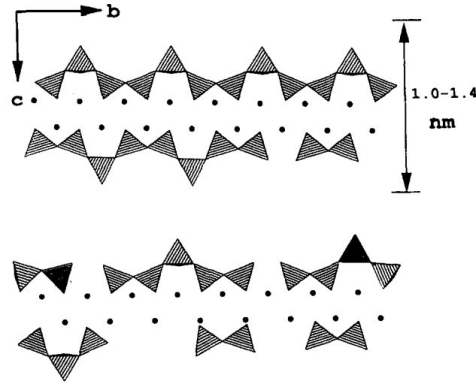


FIGURE 3.7 – Représentation tobermoritique des CSH [34]. Les points nommés C représentent les octaèdres de calcium. Ils sont entourés de tétraèdres de silicium. En haut, la structure de la tobermorite. En bas, un modèle de structure des CSH basé sur une structure tobermoritique avec défauts.

nm correspond à un empilement de 2-3 feuillets tobermoritiques.

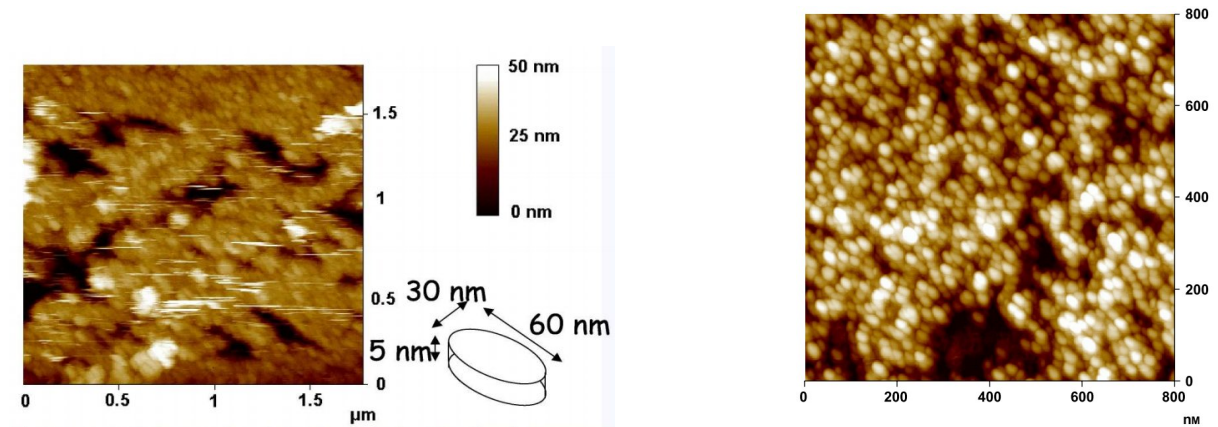


FIGURE 3.8 – Observation au Microscopie à Force Atomique de la texture de particules de CSH [61, 109].

Par ailleurs, de nombreuses observations au microscope sur le gel CSH ont été effectuées afin de visualiser sa structure. Ainsi, [65, 66, 126, 127, 151], à partir d'images au microscope électronique à transmission (MET), propose deux types de CSH, les *Inner Product* et les *Outer Product*, ou Ip CSH et Op CSH. Les premiers seraient localisés en lieu et place des anhydres et s'organiseraient en paquets, les seconds se trouvant en périphérie et ayant une morphologie fibreuse (voir figure 3.9).

D'autres modèles se démarquent de cette vision tobermoritique de particules lamellaires. Citons notamment le modèle colloïdal de Jennings (2000) [79, 80, 153]. Il propose une microstructure fractale permettant notamment de rendre compte de résultats d'essais d'adsorption d'azote. Il propose l'existence de deux familles de CSH (voir figure 3.10). Les CSH HD ou Haute Densité et les CSH BD ou Basse Densité. Cette notion de densité diffère de la notion d'inner et d'outer, en cela qu'aucune localisation par rapport au vestige des anhydres n'est proposée, mais seule la notion d'espace pour la précipitation des CSH rentre en jeu. Dans ce modèle, il existe une particule élémentaire de CSH de rayon 1,1 nm. L'assemblage de plusieurs particules élémentaires forment des globules de rayon 2.2 nm. On néglige leur nanoporosité. Ces globules s'aggrègent eux mêmes à d'autres globules, de manière plus ou moins compacte. L'arrangement

### 3.1 La pâte de ciment durcie

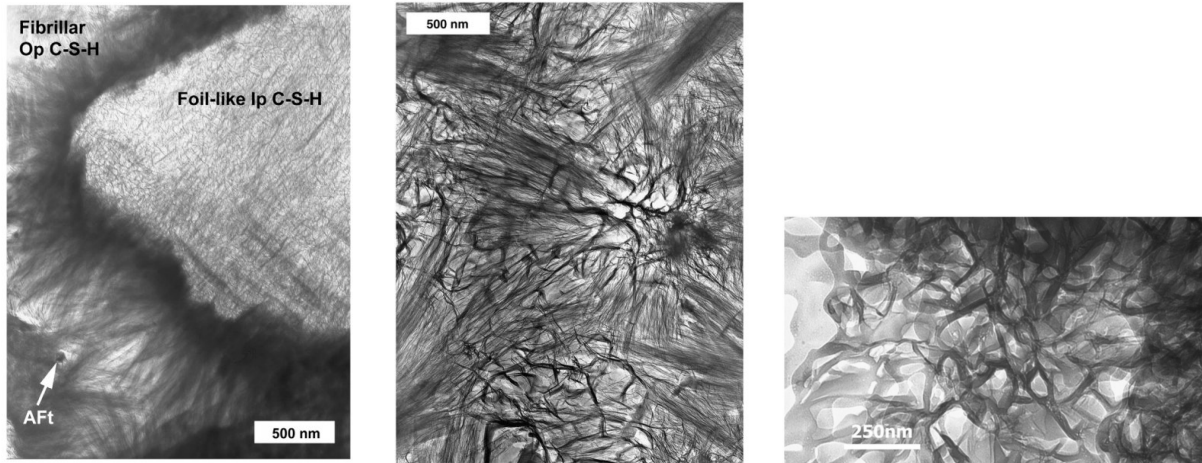


FIGURE 3.9 – Observation au Microscope à Transmission de CSH . On observe un arrangement sous forme de plaquettes pour les Ip CSh et sous forme de fibres allongées pour les Op CSH [65, 66, 126, 127, 151].

plus dense (26 % de porosité), d'un rayon supérieur à 100 nm, constitue les CSH HD. L'arrangement moins dense (36 % de porosité), d'un rayon  $\simeq 10$  nm, constitue les CSH LD, dont les nanopores (pores de gel) ont une dimension de quelques nm. Ces CSH LD peuvent de nouveau s'aggréger pour former des structures de dimension  $> 100$  nm, moins dense, avec des pores de 5-10 nm. L'existence de ces deux types d'arrangement a été confirmée par nanoindentation [35, 82]. Ce premier modèle, appelé "Colloidal Model I" CM-I, ne permet toutefois pas d'expliquer

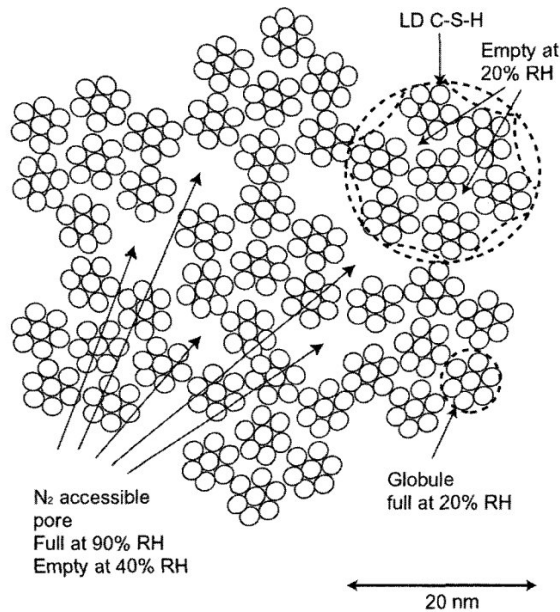


FIGURE 3.10 – Modèle de globule de Jennings (2000) [79].

les mécanismes de retrait de séchage ou le fluage. De plus, la nature sphérique de ces globules semble contestable au vu des observation microscopiques (voir par exemple la figure 3.9). Ainsi Jennings a proposé un "Colloidal Model II" CM-II (2008) [81]. Ce modèle se base sur le premier et le raffine pour rendre compte du séchage notamment, en se basant sur des résultats d'essais de diffusion de neutrons aux petits angles (SANS). Ainsi il propose une structure tobermoritique

du globule (voir figure 3.11), fait d'un assemblage de 3 feuillets, d'une hauteur de 4,2 nm. Une attention particulière est portée sur la localisation des molécules d'eau. Ainsi à l'échelle des globules 2 types de pores sont définis : les pores intraglobulaires "IGP" (entre les feuillets) et les pores interglobulaires "SGP" (entre les globules). Les premiers sont les pores de gel les plus fins,  $< 1\text{ nm}$ , les seconds ont une taille de 1-3 nm. A l'échelle du globule, il existe ainsi 3 types d'eau évaporable :

- l'eau interfoliaire : cette eau est présente dans l'espace interfeuille, qui correspond aux surfaces des feuillets qui tendent à entrer en contact quand l'eau est retirée.
- l'eau des IGP : cette eau est présente dans les pores interfoliaires. Contrairement à l'espace interfoliaire, ces pores gardent une surface libre quand l'eau est retirée.
- l'eau des SGP : cette eau est présente dans les petits pores de gel, entre les globules.

Ces globules s'arrangent ensuite en flocs de l'ordre de 50 nm. Des gros pores de gel ("LGP") sont ainsi créés, d'une dimension de 3 à 10 nm (voir figure 3.11). Par ailleurs, ce modèle colloïdal propose que les globules peuvent se déformer et se réarranger lentement, tel un milieu granulaire.

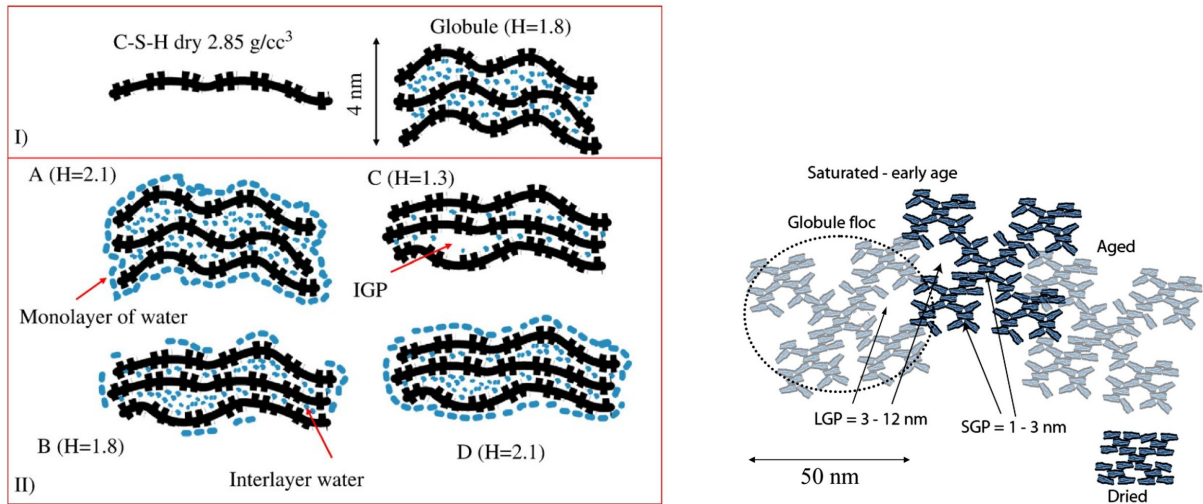


FIGURE 3.11 – Modèle Colloïdal II de Jennings (2008) [81]. Les globules ont une structure feuilletée de 5 nm de hauteur environ. Ils s'assemblent ensuite pour former des flocs.

Ainsi ce dernier modèle réconcilie le premier modèle colloïdal avec les modèles tobermoritiques et les observations au MFA. La vision des CSH sous forme de plaquettes de l'ordre de 5 nm de hauteur semble partagée. Par ailleurs, des simulations moléculaires ont permis d'expliquer, à partir d'une représentation tobermoritique, l'étendue des rapports C/S observés [116].

### 3.1.3 Paramètres influant sur les propriétés élastiques

Après cette description de la microstructure de la pâte de ciment, il est intéressant de noter que ses propriétés mécaniques dépendent de nombreux paramètres. Outre la variété des ciments possibles, la maturité, le rapport e/c, les conditions de cure, les ajouts, l'humidité relative sont une liste non-exhaustive des facteurs influençant grandement les propriétés mécaniques. Ainsi, [22] a mesuré l'évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson pour deux rapports e/c en fonction du degré d'hydratation. Comme attendu, on observe un raidissement de la pâte avec sa maturation, ainsi qu'une diminution du coefficient de Poisson (voir figure 3.12). Par ailleurs, [54] s'est intéressé à l'effet de l'ajout de fumées de silice sur l'évolution du module d'Young de la pâte en fonction de son degré d'hydratation. On observe un effet important de la proportion

### 3.1 La pâte de ciment durcie

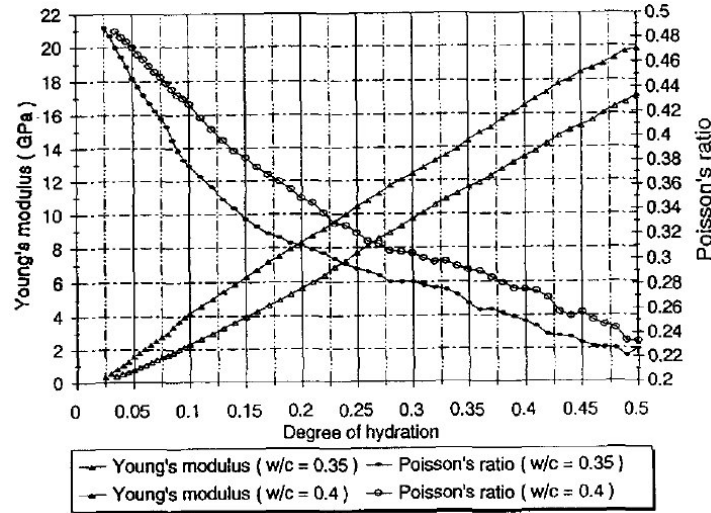


FIGURE 3.12 – Évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson en fonction du degré d'hydratation pour deux pâtes de ciment de rapport e/c différents [22].

d'ajout, dépendant du rapport e/c (voir figure 3.13). Comme déjà observé sur la figure 1.22, le

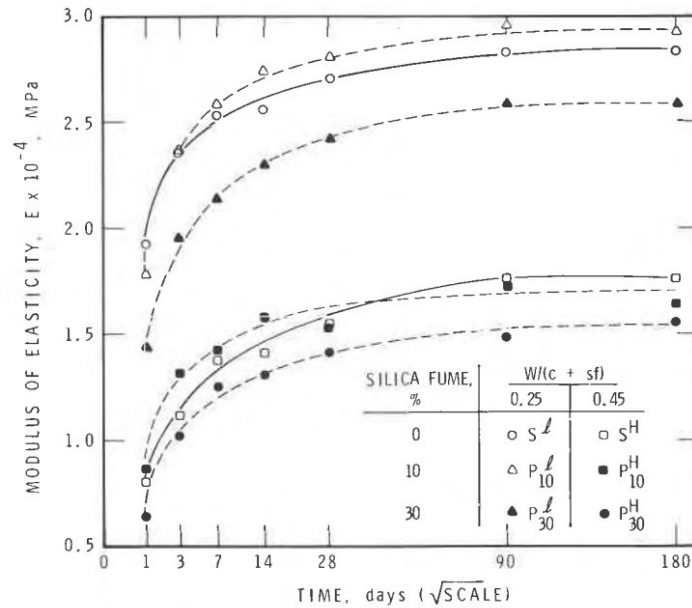


FIGURE 3.13 – Évolution du module d'Young en fonction du degré d'hydratation pour différentes compositions (avec ou sans fumées de silice, pour deux rapports e/c) [54].

rapport e/c a un effet majeur sur les propriétés de la pâte. Aussi [69] par exemple s'est intéressé à la mesure et la prédiction des modules élastiques de pâtes de ciment en faisant varier le rapport e/c. Comme attendu, les modules élastiques diminuent lorsque ce rapport augmente (voir figure 3.14). Par ailleurs, le rapport e/c est déterminant vis à vis de la porosité, paramètre clé pour les propriétés mécaniques et de transport des matériaux poreux. Ainsi [36] a effectué des essais de porosimétrie mercure sur des pâtes de différents rapport e/c, pour différents temps de cure. Alors que les écarts de porosité entre les différentes pâtes sont peu sensibles au temps de cure, les rayons de pores aux temps de cure longs sont similaires (voir figure 3.15). La cure est donc un point important, qui a été étudié par [53] notamment. On peut ainsi observer sur la figure



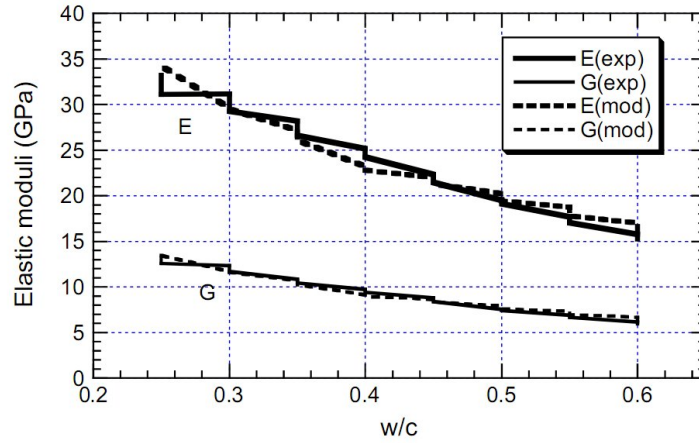


FIGURE 3.14 – Evolution des modules élastiques de la pâte de ciment mature en fonction du rapport  $w/c$  [69].

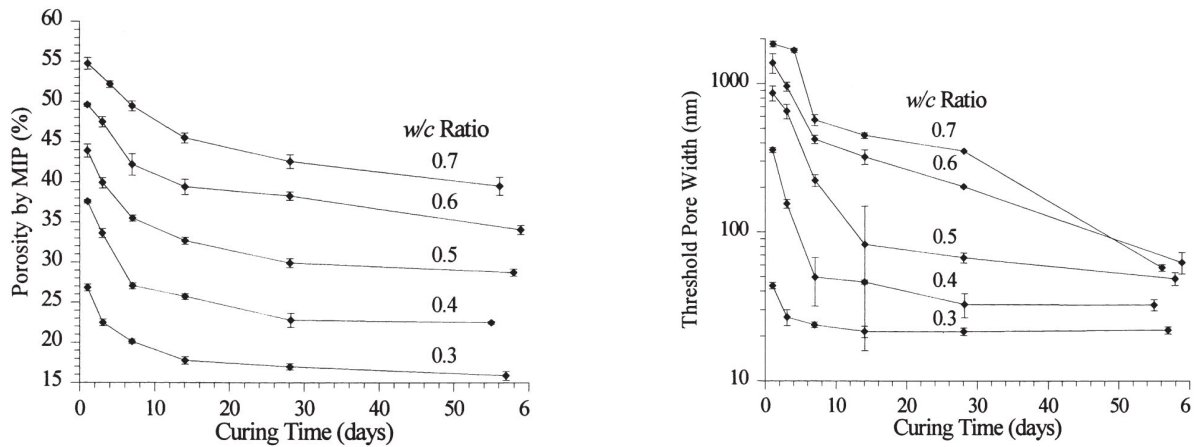


FIGURE 3.15 – Evolution de l'espace poreux de pâtes de ciment en fonction du rapport  $w/c$  et du temps de cure [36].

### 3.2 La pâte de ciment durcie

3.16 l'influence d'ajouts et de la cure sur la porosité et le module d'Young correspondant.

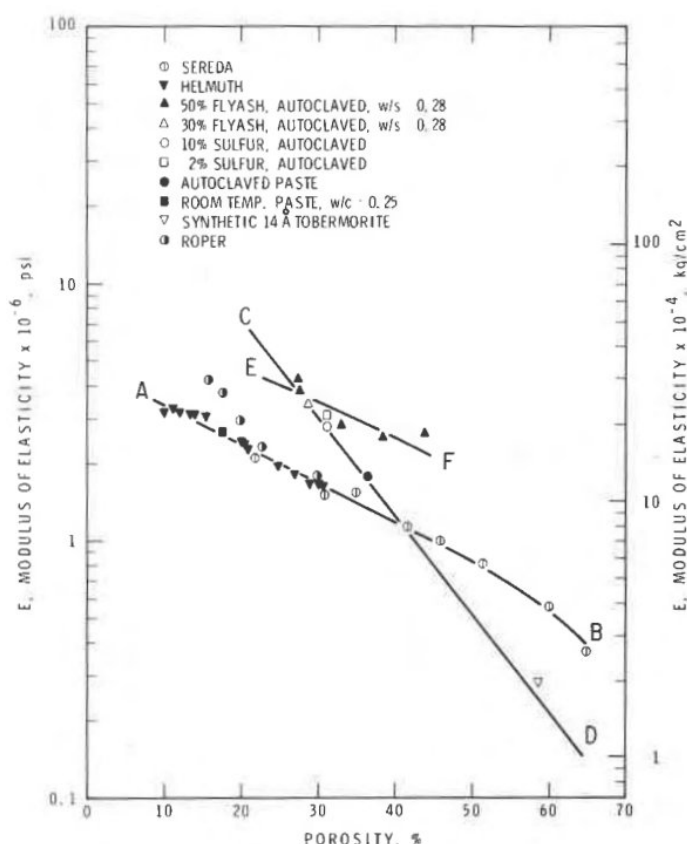


FIGURE 3.16 – Evolution du module d'Young de pâtes de ciment en fonction de la porosité pour différents ajouts et différentes conditions de cure [53].

Finissons cet aperçu non exhaustif par l'effet du séchage sur le module d'Young de la pâte de ciment. [2, 15] ont obtenu une grande sensibilité du module d'Young de la pâte en fonction de l'humidité relative, la raideur diminuant au cours du séchage (voir figure 3.17). [123, 138] ont également étudié l'effet du séchage sur le module d'Young de la pâte. On observe une forte diminution de ce dernier pour des humidités relatives inférieures à 11 % (voir figure 3.18).

Le séchage entraîne donc une diminution de 20 à 37 % de la raideur de la pâte selon les auteurs et les matériaux étudiés, et ce surtout pour une humidité relative inférieure à 11 %. Or c'est précisément le cas dans ce travail avec un état de référence correspondant à un séchage à 60°C à quelques % d'humidité relative. L'état de référence n'est donc pas un état *sain* et il faudra se souvenir que ce séchage a déjà impacté fortement la pâte étudiée, comme évoqué au 1.3.2. Il restera à se poser la question de l'origine de cette dégradation : est-ce un effet de structure ou une modification des propriétés de la pâte de ciment ? Nous verrons par la suite que dans le cas des échantillons de 20 mm de diamètre, nous supposons que le séchage impacte principalement l'interface entre hydrates, et nous négligerons donc tout effet de structure. Les différences de propriétés obtenues sur des échantillons de 37 mm seront imputées à des effets de structure.



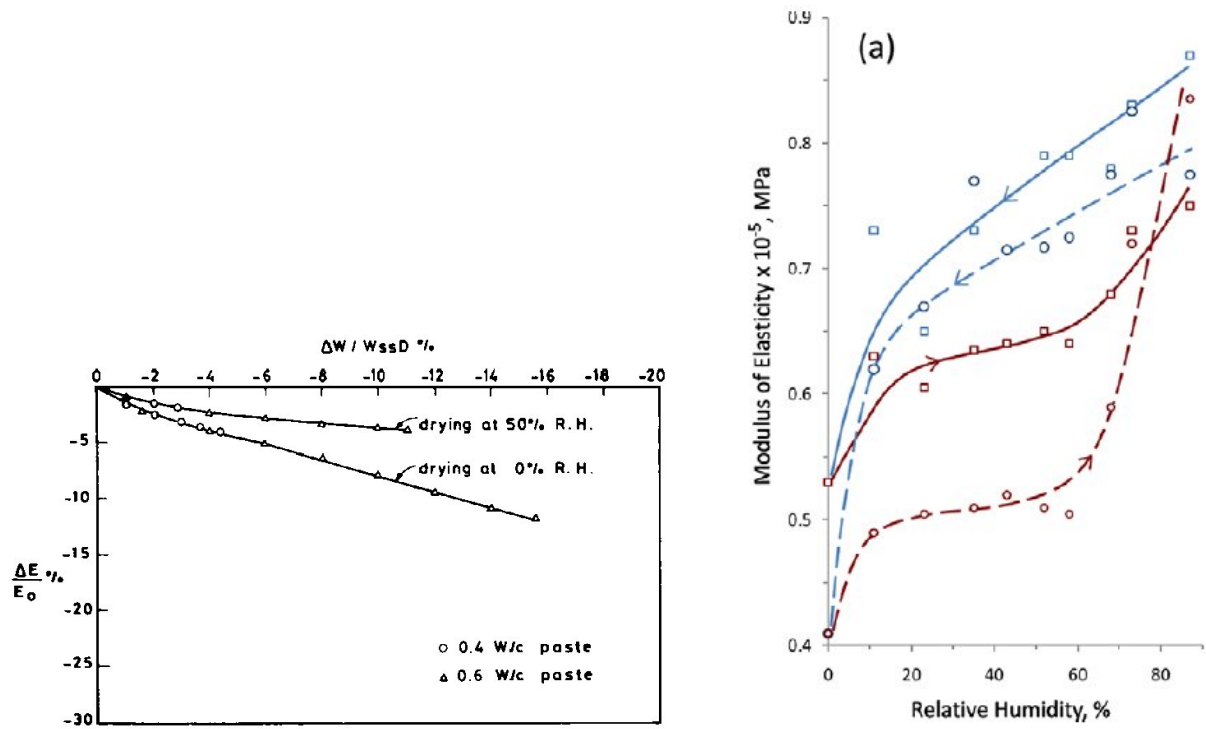


FIGURE 3.17 – Evolution du module d'Young en fonction de l'humidité relative. À gauche selon [2], en fonction de la perte de masse ; à droite selon [15] pour un rapport  $e/c = 0,25$  et deux cycles de séchage-réhydratation (1<sup>e</sup> cycle en trait plein, 2<sup>e</sup> en tirets).

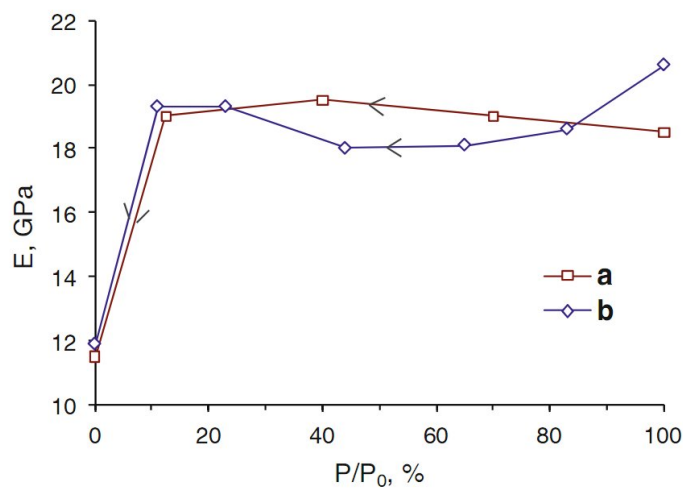


FIGURE 3.18 – Evolution du module d'Young en fonction de l'humidité relative pour deux pâtes, l'une à  $e/c = 0.3$  (a) [123] et l'autre à  $e/c = 0.4$  (b) [138]. Ces résultats sont tirés de [5].

## 3.2 Mesure des propriétés élastiques des pâtes étudiées

### 3.2.1 Résultats expérimentaux de compression simple

Nous présentons ici des résultats d'essais de compression simple sur des échantillons cylindriques de deux dimensions différentes pour les deux rapports  $e/c$  0,3 et 0,5. Des échantillons de diamètre 37 mm et 20 mm ont été testés. En effet, comme expliqué au 1.3.2, le séchage provoque une fissuration en peau importante des échantillons de 37 mm, alors que ceux de 20 mm semblent moins impactés. La plupart des essais se feront sur les  $\Phi 20$ , mais il est intéressant de comparer les résultats sur les deux tailles. L'essai de compression simple a été présenté au 2.1.1. Les résultats obtenus en terme de module d'Young et de coefficient de Poisson sont présentés dans le tableau 3.19.

$N^{\circ}$ éch.	$e/c$	$\Phi$ (mm)	H (mm)	E (GPa)	$\nu$
1.1	0,3	37,2	69,4	26,0	0,22
1.2	0,3	36,9	61,5	18,0	0,2
1.3	0,3	19,3	38,8	23,9	0,21
1.4	0,3	19,7	39,6	23,8	0,19
1.5	0,3	19,7	39,7	26,5	0,23
2.1	0,5	37,2	69,6	12,4	0,18
2.2	0,5	36,1	69,8	13,3	-
2.2b	0,5	36,2	69,8	14,2	-
2.3	0,5	19,8	39,5	15,7	0,18
2.4	0,5	20,0	39,6	14,8	0,17

FIGURE 3.19 – Propriétés élastiques mesurées par des essais de compression simple sur des échantillons séchés à  $60^{\circ}C$  pour deux rapports  $e/c$  de 0,3 et 0,5 .

On peut de plus tracer la réponse des jauges à la sollicitation de compression simple pour chaque rapport  $e/c$  pour les échantillons de diamètre 20 mm. On observe ainsi sur la figure 3.20 que, comme attendu, la pâte à  $e/c$  0,3 est plus raide. Les courbes tracées montrent le comportement de ces deux matériaux avant rupture. On voit, alors que la mesure des propriétés élastiques se fait sur une décharge entre 10 et 2 MPa, pour une décharge de 3 MPa, que le comportement en charge semble élastique linéaire bien au-delà.

On peut retenir les valeurs moyennes des propriétés élastiques obtenues du tableau 3.21. On observe un écart entre les résultats sur les deux dimensions d'échantillons testés. Il y a donc un effet d'échelle sur les propriétés élastiques : le séchage induit des effets de structure sur les échantillons  $\Phi 37$ . On retiendra pour la suite les valeurs obtenues sur les échantillons de diamètre 20 mm :  $E_{0,3_{60}} = 24,7 \text{ GPa}$ ,  $\nu_{0,3_{60}} = 0,21$  et  $E_{0,5_{60}} = 15,3 \text{ GPa}$ ,  $\nu_{0,5_{60}} = 0,18$ . Ce choix est motivé par l'intention d'utiliser des modèles multi-échelles. Or les effets de structure dus au séchage des pâtes de diamètre 37 mm seront minimisés dans un mortier par la présence des grains de sable. L'écart obtenu pour les échantillons de diamètre 37 mm est de 11 % pour  $e/c$  0,3 et 13 % pour  $e/c$  0,5. Le séchage semble légèrement affecter davantage la pâte d' $e/c$  0,5, ce qui est attendu étant donné la présence d'eau importante dans ce matériau.

### 3.2.2 Résultats expérimentaux poro-mécaniques

Après des résultats obtenus par des essais uniaxiaux nous présentons ici des résultats d'essais poro-mécaniques sur des échantillons cylindriques de diamètre 20 mm pour le rapport  $e/c$  de 0,5. Seule ce rapport a été étudié en terme d'essais poro-mécaniques pour des raisons de temps. C'est le rapport utilisé pour le mortier M58.

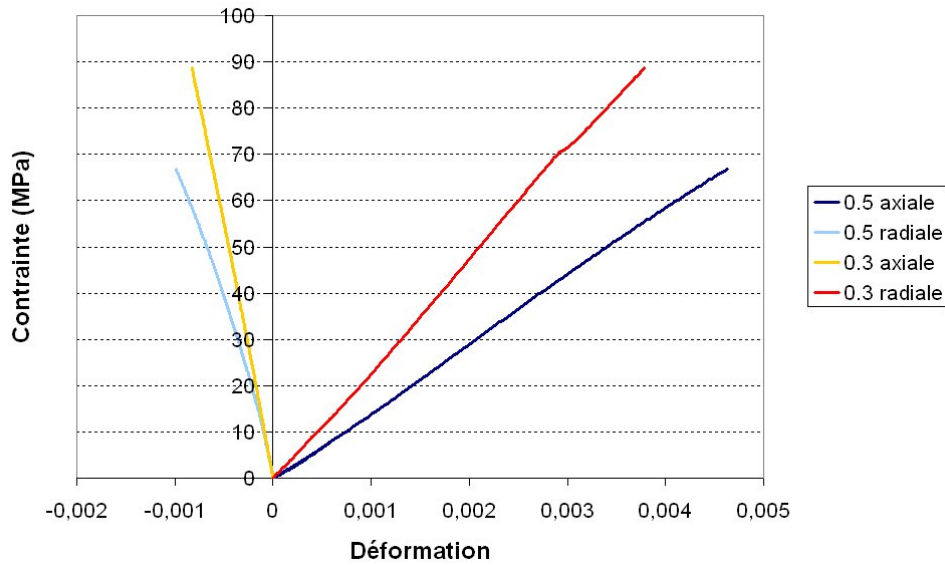


FIGURE 3.20 – Courbes contrainte/ déformation axiale et transversale pour chaque rapport  $e/c$ .

$e/c$	$\Phi$ (mm)	E (GPa)	écart type (GPa)	variation	$\nu$	écart type	variation
0,3	37	22,0	4	18 %	0,21	0,01	4,8 %
0,3	20	24,7	1,2	5,1 %	0,21	0,02	7,8 %
0,5	37	13,3	0,7	5,5 %	0,18		
0,5	20	15,3	0,5	3,0 %	0,18	0,01	2,9 %

FIGURE 3.21 – Propriétés élastiques moyennes mesurées par des essais de compression simple sur des échantillons séchés à  $60^{\circ}C$  pour deux rapports  $e/c$  de 0,3 et 0,5 .

### Préparation des échantillons

Les cellules hydrostatiques utilisées ont été initialement conçues pour des échantillons de 37 mm de diamètre. Il a fallu utiliser un dispositif permettant de tester des échantillons de diamètre 20 mm. Ce dispositif est présenté sur la figure 3.22. Il vient remplacer la tige de drainage classique du dispositif présenté sur la figure 2.4. Ainsi on pourra injecter du gaz par cette tige et ce gaz viendra en contact des deux surfaces supérieure et inférieure de l'échantillon.

La préparation d'un échantillon cylindrique de 20 mm de diamètre est présentée sur la figure 3.23. Elle est expliquée au 2.1.2. Après avoir collé, comme dans l'essai de compression simple, 2 jauges longitudinales et 2 jauges transversales diamétralement opposées, ainsi que 4 connecteurs permettant de souder les fils des jauges et les câbles reliés au système d'acquisition (étape 1), on applique un vernis permettant de protéger jauges, connecteurs et fils de tout courant de fuite (étape 2). Ensuite on protège la surface latérale de l'échantillon avec un scotch, on place deux pastilles poreuses à chaque extrémité de l'échantillon en vue d'uniformiser la pression de gaz qui y sera appliquée, et on applique un mastic acrylique pour étancher le contact échantillon-poreux (étape 3). L'échantillon est ensuite recouvert d'une jaquette en Viton<sup>TM</sup>. On place alors deux embouts métalliques maintenus par des colliers métalliques (étape 4). On vient finalement visser sur ces embouts le dispositif de la figure 3.22 (étape 5). Avant le montage dans la cellule hydrostatique, on vérifie l'étanchéité du montage en le plaçant dans l'eau et en injectant de l'argon sous quelques bars (étape 6). L'échantillon est alors prêt à être monté dans une cellule hydrostatique.

### 3.2 Mesure des propriétés élastiques des pâtes étudiées

---



FIGURE 3.22 – Dispositif permettant l'utilisation d'échantillons de diamètre 20 mm dans une cellule hydrostatique.

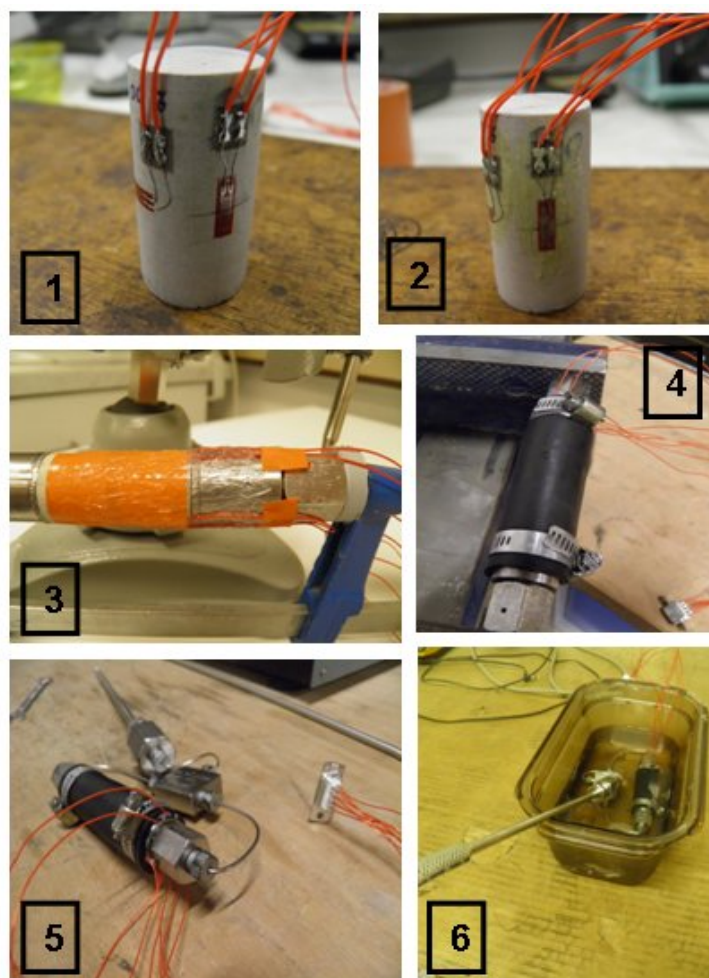


FIGURE 3.23 – Préparation d'un échantillon cylindrique de 20 mm de diamètre pour un essai poromécanique.

### Résultats des essais sur la pâte de ciment

La procédure d'essai est décrite au 2.1.2. Les modules de compressibilité  $K_b$  sont mesurés à différents paliers de confinement sur des décharges de 3 MPa. Le coefficient de biot  $b$  est obtenu au travers de la mesure du module  $H$  par un chargement en pression intersitielle à confinement constant. Nous présentons ici les résultats obtenus sur 5 échantillons numérotés 5.1, 5.2, 5.3, 5.4 et 5.5. Les principaux niveaux de confinement choisis pour la mesure des modules sont 6, 9, 15 et 21 MPa, d'autres niveaux (12, 18, 30 et 40 MPa) ayant été utilisés pour certains essais. Notamment l'échantillon 5.3 a été testé jusqu'à 40 MPa. Les résultats des figures 3.25 et 3.26 montrent que les modules poro-élastiques des échantillons testés, malgré de la dispersion entre les échantillons, ne dépendant pas du confinement. Cela était attendu étant donné que ces échantillons n'ont pas été traités thermiquement. Or une sensibilité des modules au confinement traduit une microfissuration. On peut donc calculer les modules  $K_b$  et  $H$  moyens, l'écart type  $\sigma$  ainsi que la variation sur ces modules (voir tableau 3.24).

N° éch.	$K_b$ (GPa)	$\sigma$ (GPa)	variation	$H$ (GPa)	$\sigma$ (GPa)	variation
5.1	7,4	0,24	3,3 %	10,9	0,38	3,5 %
5.2	7,5	0,18	2,4 %	8,6	0,47	5,4 %
5.3	7,4	0,13	1,8 %	9,4	0,47	5,0 %
5.4	7,8	0,25	3,2 %	12,0	0,38	3,1 %
5.5	7,7	0,06	0,7 %	9,8	0,27	2,7 %
moyenne	7,5	0,16	2,1 %	10,1	1,2	11,6 %

FIGURE 3.24 – Propriétés poro-élastiques mesurées par des essais poro-mécaniques sur des échantillons séchés à 60°C à e/c 0,5 .

On retiendra donc les valeurs moyennes obtenues :  $K_{b60} = 7,5 \text{ GPa}$  et  $H_{60} = 10,1 \text{ GPa}$ . A partir de ces modules on peut calculer les propriétés poro-élastiques  $K_s$  et  $b$  (voir relations 1.11 et 2.10). On obtient :  $K_{s60} = 29,4 \text{ GPa}$  et  $b_{60} = 0,74$ . Par ailleurs, on peut calculer le module d'Young correspondant à un module de compressibilité  $K_{b60} = 7,5 \text{ GPa}$ , avec un coefficient de Poisson  $\nu_{60} = 0,18$  :  $E = 3K_b(1 - 2\nu)$ . On obtient  $E_{60\text{poro}} = 14,4 \text{ GPa}$ , ce qui est proche du module mesuré en compression simple.

### Comportement isotrope de l'échantillon

Les mesures et calculs précédents se basent sur une hypothèse d'isotropie du comportement élastique du matériau étudié. Il convient de vérifier cette hypothèse. Ainsi on peut voir sur la figure 3.27 que les 4 jauges répondent de manière très similaire. Seul un petit écart est notable dû à un décalage à faible confinement (3 MPa) qui peut s'expliquer par une fermeture de microfissures en peau dues au séchage. L'hypothèse d'isotropie est donc vérifiée.

### 3.2 Mesure des propriétés élastiques des pâtes étudiées

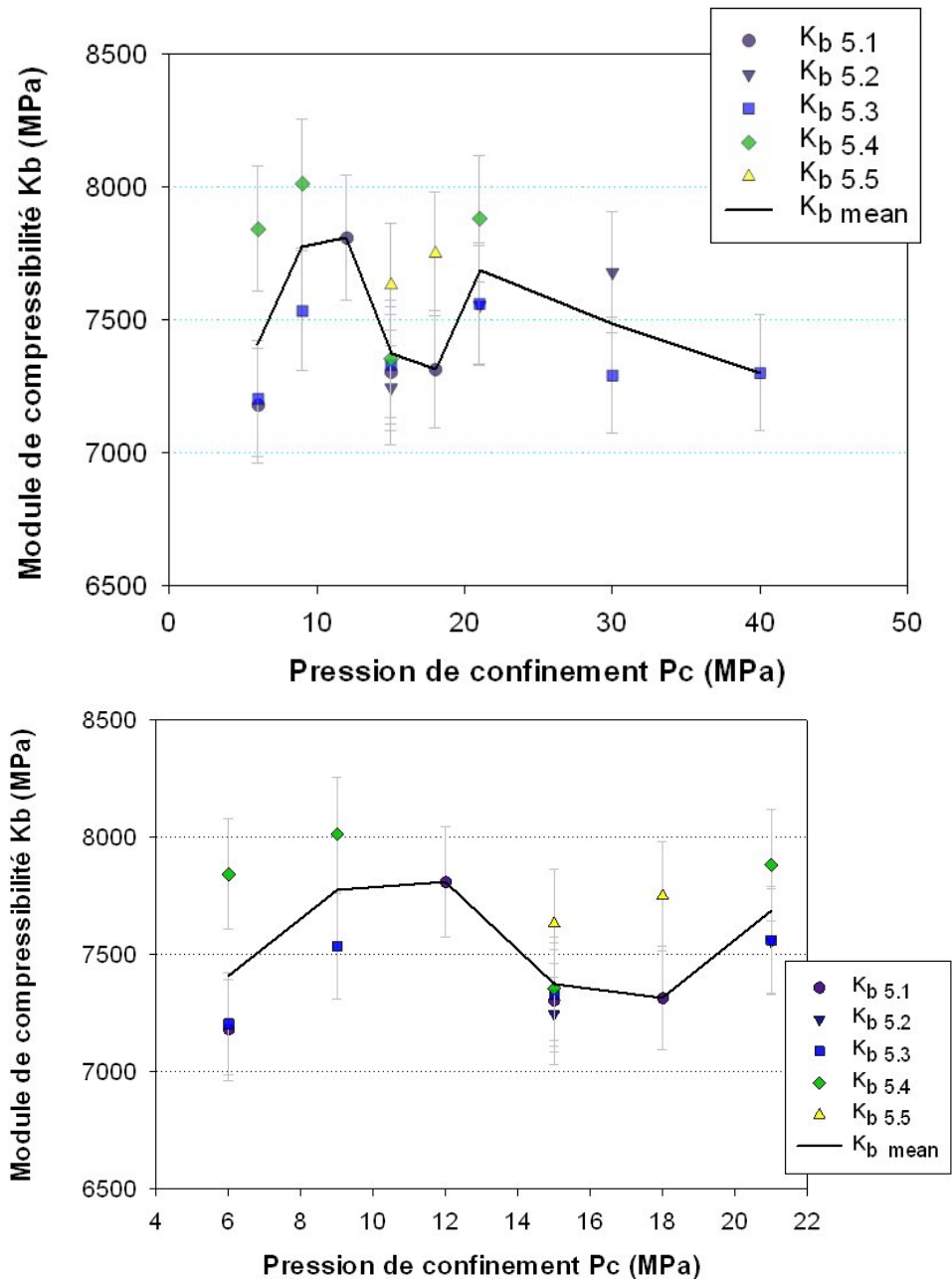


FIGURE 3.25 – Modules de compressibilité  $K_b$  mesurés sur les échantillons de pâte de ciment d’e/c 0,5 séchés à  $60^\circ C$ .

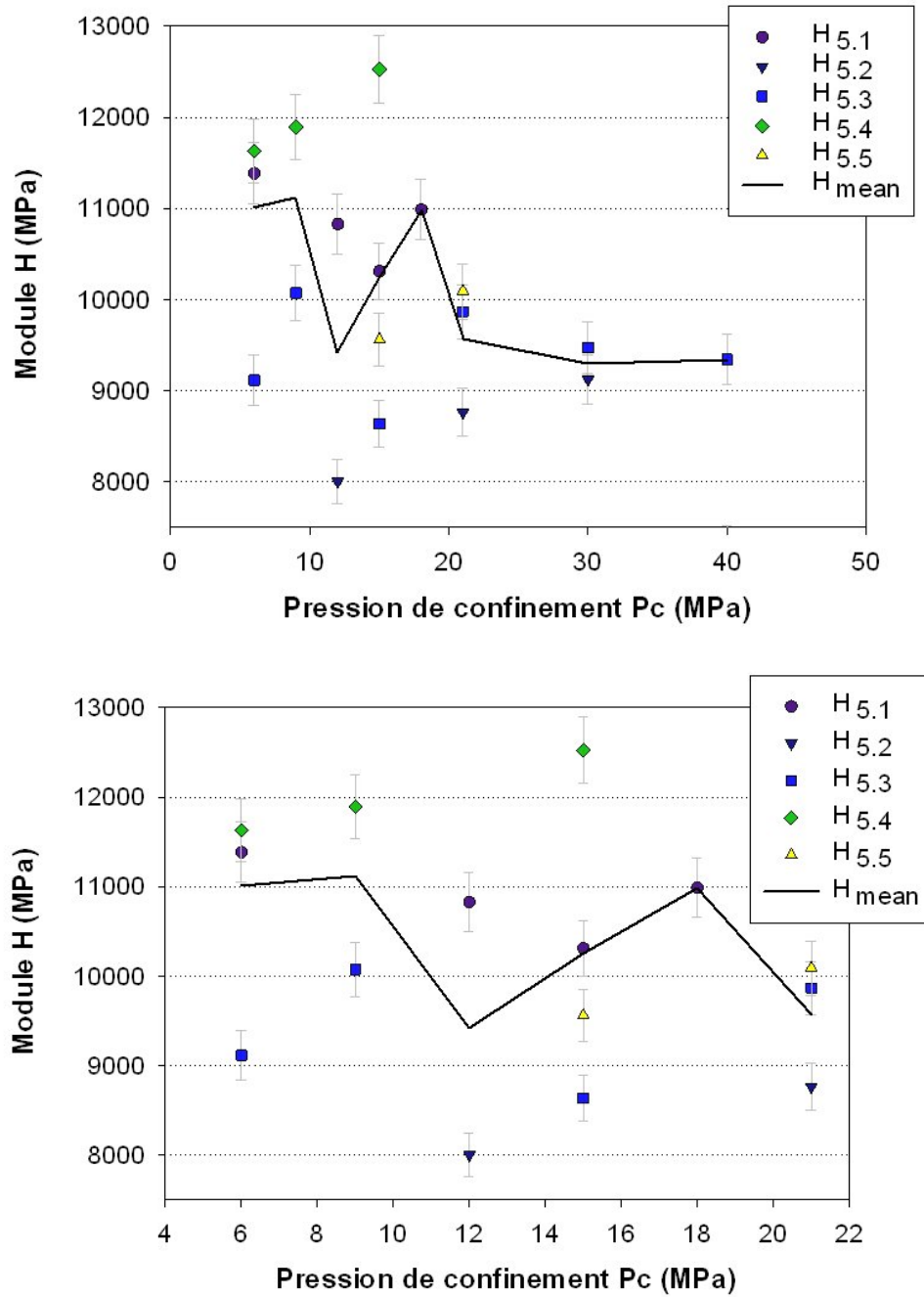


FIGURE 3.26 – Modules  $H$  mesurés sur les échantillons de pâte de ciment d'e/c 0,5 séchés à  $60^{\circ}C$ .



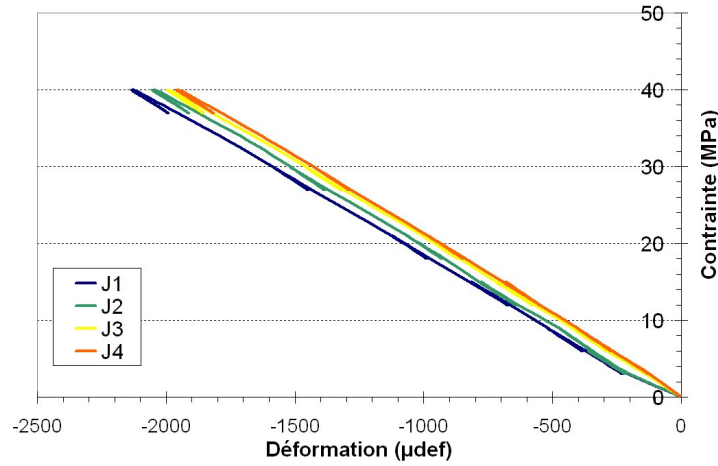


FIGURE 3.27 – Réponses des jauges lors du chargement en pression de confinement sur un échantillon de pâte de ciment e/c 0,5 séché à 60°C.

### 3.3 Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment

Nous allons ici tenter d'estimer les propriétés élastiques de la pâte de ciment par des méthodes d'homogénéisation. Néanmoins le schéma à adopter doit différer de ceux qui ont été utilisés pour le mortier. En effet, la microstructure de la pâte est très différente (voir 3.1.2) en comparaison de celle du mortier. Deux points sont à prendre en compte :

- il y a une séparation d'échelle entre les hydrates CSH et les cristaux de portlandite notamment.
- le "gel" CSH est un milieu polycristallin.

On se rend ainsi compte qu'un schéma d'homogénéisation adapté aux milieux polycristallins est nécessaire, et parmi les schémas d'homogénéisation se basant sur la solution du problème d'Eshelby, le **schéma auto-cohérent** [90] est un bon candidat. Ce schéma est particulièrement adapté pour le calcul des propriétés élastiques effectives des "milieux parfaitement désordonnés".

#### 3.3.1 Le schéma auto-cohérent

Le schéma auto-cohérent se base sur la solution du problème d'Eshelby (voir 1.18). La démarche d'homogénéisation est similaire à ce qui a été fait dans le cadre du schéma de Mori-Tanaka (au 2.4.1). La différence se situe dans le choix du milieu de référence. Alors que dans le schéma de Mori-Tanaka le milieu de référence est la matrice, la phase connexe du matériau, le milieu de référence du schéma auto-cohérent est le milieu homogénéisé lui-même, de sorte que toutes les phases "voient" le milieu homogénéisé. Le tenseur de localisation des déformations d'une phase  $i$  ( $1 \leq i \leq n$ ) d'un milieu composé de  $n$  phases s'écrit alors :

$$\mathbb{A}_i^{ac} = (\mathbb{1} + \mathbf{P}_i^{ac} : \delta \mathbb{C}_i^{ac})^{-1} : \overline{(\mathbb{1} + \mathbf{P}^{ac} : \delta \mathbb{C}^{ac})^{-1}}^{-1} \quad (3.1)$$

où  $\delta \mathbb{C}_i^{ac} = \mathbb{C}_i - \mathbb{C}_{ac}$ ,  $\mathbb{C}_i$  est le tenseur de rigidité de la phase  $i$ ,  $\mathbb{C}_{ac}$  est le tenseur homogénéisé que l'on cherche à calculer,  $\mathbf{P}_i^{ac}$  le tenseur de Hill de la phase  $i$ , qui dépend de la forme de la phase et des propriétés élastiques du milieu effectif. On a donc une expression implicite du tenseur de localisation.

On calculera le tenseur de rigidité homogénéisé  $\mathbb{C}_{ac}$  par la relation  $\mathbb{C}_{ac} = \overline{\mathbb{C} : \mathbb{A}}$ .

$$\mathbb{C}_{ac} = \overline{\mathbb{C} : (\mathbb{1} + \mathbf{P}^{ac} : \delta \mathbb{C}^{ac})^{-1} : (\mathbb{1} + \mathbf{P}^{ac} : \delta \mathbb{C}^{ac})^{-1}}^{-1} \quad (3.2)$$



L'équation 3.2 est donc une définition implicite des modules effectifs du milieu homogénéisé. On peut montrer [164] que, dans le cas où toutes les phases ont la même forme,  $(\mathbb{1} + \mathbf{P}^{ac} : \delta \mathbb{C}^{ac})^{-1} = \mathbb{1}$ , si bien que le tenseur homogénéisé s'écrit plus simplement  $\mathbb{C}_{ac} = \mathbb{C} : (\mathbb{1} + \mathbf{P}^{ac} : \delta \mathbb{C}^{ac})^{-1}$ .

### Cas du milieu poreux

Dans le cas d'un milieu poreux composé de pores sphériques et d'une phase solide constituée de sphères élastiques isotropes, de modules élastiques  $k_s$  et  $\mu_s$ , le tenseur homogénéisé est élastique linéaire isotrope ( $\mathbb{C}_{ac} = 3k_{ac}\mathbb{J} + 2\mu_{ac}\mathbb{K}$ ); l'équation 3.2 peut être projetée suivant les tenseurs  $\mathbb{J}$  et  $\mathbb{K}$  et l'on obtient le système suivant :

$$\begin{cases} k_{ac} = \frac{4(1-\varphi)k_s\mu_{ac}}{3\varphi k_s + 4\mu_{ac}} \\ 8\mu_{ac}^2 + [3(3-\varphi)k_s + 4(5\varphi-2)\mu_s]\mu_{ac} + 9(2\varphi-1)k_s\mu_s = 0 \end{cases} \quad (3.3)$$

On se place de nouveau dans le cas d'un matériau composé de sphères élastiques isotropes (avec  $k_s = 100 \text{ MPa}$  et  $\mu_s = 50 \text{ MPa}$ ) et de pores sphériques, et on compare l'estimation auto-cohérente à celle de Mori-Tanaka. La résolution du système 3.3 donne les modules élastiques homogénéisés  $k_{ac}$  et  $\mu_{ac}$  en fonction de la porosité. On observe (figure 3.28) un seuil de percolation solide pour le schéma auto-cohérent : ce schéma ne prévoit une élasticité effective non nulle que pour des fractions volumiques de solide  $(1-\varphi)$  supérieures ou égales à 50 %. Ce seuil de 50

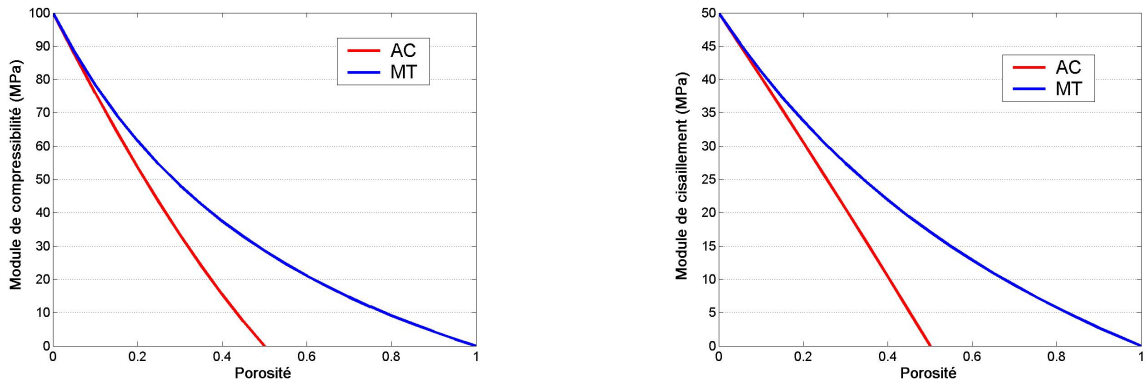


FIGURE 3.28 – Comparaison des estimations de Mori-Tanaka et auto-cohérentes de l'élasticité homogénéisée d'un milieu poreux constitué de grains solides sphériques isotropes ( $k_s = 100 \text{ MPa}$  et  $\mu_s = 50 \text{ MPa}$ ) et de pores sphériques.

% est un résultat caractéristique du schéma auto-cohérent pour des grains solides sphériques. Il varie suivant la forme des grains solides [131]. Ainsi il diminue pour des rapports d'aspect différents de 1, c'est à dire pour des objets aplatis (*oblate*) ou allongés (*prolate*) : moins de solide est nécessaire pour avoir une élasticité effective non nulle (voir figure 3.29).

Nous allons maintenant utiliser le schéma auto-cohérent pour estimer les propriétés effectives d'une pâte de ciment à partir de la connaissance des propriétés mécaniques de ses constituants. Avant toute chose, étant donnée la mise en évidence de deux types de CSH, l'utilisation d'un modèle d'hydratation plus détaillé que le modèle de Powers, présenté au 1.1.3 (il confond sous la dénomination *hydrate* les CSH, la portlandite et les sulfoaluminates), est nécessaire.

### 3.3.2 Modèle d'hydratation

Nous utilisons un modèle d'hydratation permettant d'estimer les fractions volumiques des différents hydrates et inspiré de [154]. Ce modèle décrit dans [17, 64] utilise des réactions d'hy-

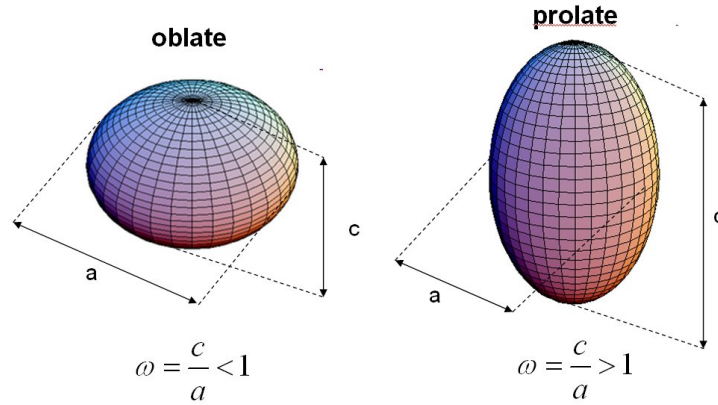
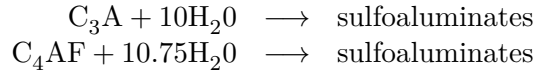


FIGURE 3.29 – Représentation de deux ellipsoïdes de révolution. À gauche, un oblate (rapport d'aspect  $< 1$ ) et à droite un prolate (rapport d'aspect  $> 1$ ).

dratation simplifiées pour les anhydres  $C_3A$  et  $C_4AF$  :



Cela signifie qu'une mole de  $C_3A$  (respectivement  $C_4AF$ ) consomme 10 moles d'eau (respectivement 10,75). Par ailleurs, les réactions d'hydratation des phases  $C_3S$  et  $C_2S$  retenues sont les réactions 1.1 et 1.2. Seules les phases  $C_3S$ ,  $C_2S$ ,  $C_3A$  et  $C_4AF$  sont considérées. Nous utiliserons la composition du ciment présentée au 1.3.1. Les données d'entrée, en plus de la composition et des réactions d'hydratation considérées, sont :

- la masse volumique de l'eau ( $1 \text{ g/cm}^3$ ), du ciment ( $3,15 \text{ g/cm}^3$ ), des CSH ( $2,04 \text{ g/cm}^3$ ) et de la portlandite ( $2,24 \text{ g/cm}^3$ ) [17].
- la masse molaire des différents constituants, calculée à partir de leur composition chimique et des masses molaires de leurs différents éléments.

Notant  $m_i$  la masse de la phase anhydre  $i$  dans la composition complète du ciment utilisé 1.3.1, la simplification à l'étude de 4 phases uniquement nécessite de corriger la masse de ces phases. Cette masse corrigée sera notée  $m'_i$  et vaut  $m'_i = m_i / \sum m_i$ . Le degré d'hydratation moyen s'écrit alors :  $\alpha = \sum_i m'_i \alpha_i$  où  $\alpha_i$  est le degré d'hydratation de la phase  $i$ . Ce degré d'hydratation dépend du temps et du rapport e/c. Nous noterons  $\theta_j^i$  le nombre de moles de la phase  $j$  ( $j = w, \text{CSH}$  ou  $\text{CH}$ , où  $w$  est l'eau) formé ou consommé par la réaction d'1 mole de réactif  $i$ . Ici, les valeurs de ce coefficient pour les différentes phases sont données dans le tableau 3.30.

Phase j \ Réactif i	$C_3S$	$C_2S$	$C_3A$	$C_4AF$
CSH	1	1		
CH	1,3	0,3		
w	5,3	4,3	10	10,75

FIGURE 3.30 – Coefficient  $\theta_j^i$  pour chaque réactif .

Notant  $\beta_i^* = \rho_i^* / \mu_i$  le nombre de moles de la phase  $i$  par unité de volume de ciment ( $\rho_i^* = \rho_c m'_i$  et  $\mu_i$  est la masse molaire de la phase  $i$ ), on peut alors déterminer pour chaque phase de la pâte

hydratée son volume issu ou consommé par la réaction du réactif  $i$ . On a ainsi :

$$\begin{aligned}\frac{V_w^i}{V_c^o} &= \theta_w^i \frac{\beta_i^*}{\beta_w} \\ \frac{V_{CSH}^i}{V_c^o} &= \theta_{CSH}^i \frac{\beta_i^*}{\beta_{CSH}} \\ \frac{V_{CH}^i}{V_c^o} &= \theta_{CH}^i \frac{\beta_i^*}{\beta_{CH}} \\ \frac{V_{anhyd}^i}{V_c^o} &= m_i'(1 - \alpha_i)\end{aligned}\tag{3.4}$$

où  $V_w^i$  est le volume d'eau consommé par hydratation complète de la phase  $i$ ,  $V_{CSH}^i$  et  $V_{CH}^i$  sont les volumes respectifs de CSH et CH formés par hydratation complète de la phase  $i$ ,  $V_{anhyd}^i$  est le volume d'anhydre  $i$  au degré d'hydratation  $\alpha_i$  de la phase  $i$ ,  $V_c^o$  le volume initial de ciment.  $\beta_w$ ,  $\beta_{CSH}$  et  $\beta_{CH}$  sont les nombres de moles par unité de volume des différentes phases. On peut alors calculer le volume total des différents constituants  $j$  par  $V_j = \sum_i V_j^i \alpha_i$ . Le volume de vides capillaires dû au retrait chimique est calculé par  $V_v/V_c^o = c_{rc}\rho_c\alpha$  où  $c_{rc} \simeq 0,07 \text{ cm}^3/\text{g}$  est le coefficient de retrait chimique par gramme de ciment à hydratation complète. On écrit finalement que le volume initial du mélange (anhydre+eau) est égal au volume final composés des phases hydrates, des pores capillaires (v+w) et des anhydres restants :

$$V = V_c^o + V_w^o = V_c^o(1 + \frac{V_w^o}{V_c^o}) = V_w + V_{anhyd} + V_{CSH} + V_{CH} + V_A + V_v\tag{3.5}$$

où  $V_A$  est le volume de sulfoaluminates formés. La fraction volumique  $f_j$  de chaque phase peut ensuite être calculée comme suite :  $f_j = V_j/V_{pâte}$  où :

$$V_{pâte} = \frac{V_c^o}{1 + V_w^o/V_c^o} = \frac{V_c^o}{1 + \frac{\rho_c}{\rho_w} \frac{e}{c}}$$

et la fraction volumique des sulfoaluminates se calcule comme :  $f_A = 1 - (f_{CSH} + f_{CH} + f_w + f_v + f_{anhyd})$ . Le tableau 3.31 donne donc les fractions volumiques des phases la Pdc05. On suppose une hydratation complète, si bien que pour tout  $i$  on a  $\alpha_i = 1$ . On notera notamment la valeur

$f_{CSH}$	$f_{CH}$	$f_A$	$f_w$	$f_v$	$f_{cap} = f_w + f_v$	$f_{anhyd}$
0,54	0,15	0,16	0,06	0,09	0,15	0

FIGURE 3.31 – Fractions volumiques des phases de la pâte de ciment e/c 0,5 prédites par le modèle.

de la fraction volumique de pores capillaires  $f_{cap} = 0,15$ , proche de la valeur prédite par le modèle de Powers pour une pâte d'e/c 0,5 :  $f_{cap} = (e/c - 0,63)/(e/c + 0,32) = 0,17$ .

Par ailleurs, des expériences d'Analyse Thermo-Gravimétrique (ATG) (voir 1.3.3) permettent de quantifier la fraction volumique de portlandite présente dans la pâte [149]. Ainsi, pour un échantillon de ciment de masse  $m_c^o$  (masse de pâte de ciment réduite en poudre), on peut déterminer la masse de portlandite présente dans l'échantillon, en supposant que la réaction de déshydratation de la portlandite est la suivante :



et qu'elle a lieu entre 443 et 495 °C. La perte de masse mesurée lors de l'essai d'ATG dans cette gamme de température correspond à la masse d'eau libérée par la réaction 3.6, si bien que la masse de portlandite se calcule par :

$$m_{CH} = (\text{perte masse}_{443^\circ\text{C}} - \text{perte masse}_{495^\circ\text{C}}) \frac{M_{\text{Ca(OH)}_2}}{M_{\text{H}_2\text{O}}}\tag{3.7}$$

### 3.3 Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment

où  $M_{Ca(OH)_2}$  et  $M_{H_2O}$  sont les masses molaires respectivement de la portlandite et de l'eau. Ensuite, à partir de la masse volumique du ciment et de la portlandite, on peut calculer la fraction volumique de portlandite présente dans la pâte. Nous avons testé 3 échantillons de pâte à e/c 0,5 séchés à 60°C. Les résultats sont résumés dans le tableau 3.32. La fraction

$m_c^o$ (mg)	$m_{CH}$ (mg)	$f_{CH}$
80,14	7,65	0,134
56,33	6,17	0,153
77,72	8,35	0,150

FIGURE 3.32 – Fractions volumiques de portlandite calculées à partir des essais d'ATG sur des échantillons de pâte de ciment de rapport e/c 0,5 séchés à 60°C.

volumique de portlandite moyenne obtenue est de  $f_{CH_{moy}} = 0,145$ . La valeur prédite par le modèle d'hydratation ( $f_{CH} = 0,15$ ) est donc proche de la valeur expérimentale obtenue.

#### 3.3.3 Schéma d'homogénéisation

Il existe nombreux modèles micromécaniques de la pâte de ciment [35, 64, 118, 133]. Ces derniers prennent en compte une microstructure de pâte simplifiée, où les seuls hydrates formés sont les CSH ou la portlandite et les CSH. Nous adapterons ici ces modèles aux fractions volumiques prédites par le modèle d'hydratation.

#### Morphologie des hydrates

Vient alors dans la modélisation le choix de la morphologie des hydrates. En micromécanique ils sont modélisés par des ellipsoïdes (pour tirer parti de la solution du problème d'Eshelby), se distinguant par leur rapport d'aspect  $\omega \geq 0$  :

- un rapport d'aspect de 1 pour les sphères.
- un rapport d'aspect inférieur à 1 pour les *oblates*.
- un rapport d'aspect supérieur à 1 pour les *prolates*.

Les oblates sont donc des objets aplatis, pouvant représenter une forme de feuillet, de brique. Les prolates sont au contraire des objets allongés représentant une forme fibrillaire. La forme des objets est cruciale dans le calcul du tenseur de Hill, ainsi les modèles micromécaniques se différencient notamment par le choix fait concernant la forme attribuée aux hydrates. On distingue les modèles où toutes les phases solides sont sphériques [35, 64] des modèles où la forme des hydrates CSH a été choisie selon les observations de [61, 65, 66, 109, 126, 127, 151], à savoir des objets aplatis (feuillets ou briques) pour l'élément de base d'hydrate CSH. La phase HD est alors un assemblage polycristallin aléatoire de ces briques élémentaires, et la phase BD est constituée de fibres formées par l'assemblage de plusieurs de ces briques [118, 133]. Ces deux modèles ont des avantages et des défauts. Le premier, le modèle sphérique, idéalise la géométrie des hydrates qui semblent avoir une forme de brique. Cela facilite ainsi grandement la modélisation et permet notamment d'utiliser des modèles analytiques à interfaces imparfaites. Au contraire, le modèle brique semble prendre en compte plus précisément la géométrie réelle des hydrates, mais ne permet plus l'utilisation de modèles analytiques. Nous adopterons ici une représentation sphérique des hydrates afin d'utiliser un modèle avec interfaces imparfaites. Ce choix est motivé par le manque de connaissances précises sur la morphologie des hydrates CSH qui ne permettent pas de trancher sur la forme réelle de ces objets.

### Porosité multi-échelle

Par ailleurs, un point important est l'échelle des éléments considérés, et notamment les différentes porosités (voir 1.1.4). Plusieurs questions se posent :

- à quels pores correspond la porosité capillaire prédite par le modèle d'hydratation ? Suivant les nomenclatures, cela peut correspondre aux pores de dimension  $> 10 \text{ nm}$  ou de plusieurs centaines de nm.
- quelle est la fraction volumique des différents pores ?

A la première question, les résultats de porosimétrie mercure de la figure 1.8 apportent un éclairage. On voit en effet que pour des pâtes de rapport e/c inférieur à 0,5, le diamètre maximal des pores est de 100 nm. Attention toutefois, cet essai sous-estime la taille et la fraction des macropores et surestime la fraction des mésopores. Ainsi il semble que les macropores des pâtes étudiées sont à l'échelle des empilements de CSH, et non pas des cristaux de portlandite. On considèrera donc dans un premier temps que cette porosité capillaire est à l'échelle des phases CSH BD et HD. A la seconde question, on utilisera les compacités des CSH HD et BD proposées par [42, 81, 158].

### Propriétés élastiques des différents phases

Avant de rentrer dans le détail de la modélisation, reste à choisir les propriétés élastiques des différentes phases.

Concernant l'élasticité de la brique élémentaire de CSH, on considèrera cette brique comme isotrope. On se référera aux travaux de simulation moléculaire de [115, 116] ainsi qu'aux calculs inverses basés sur un modèle auto-cohérent pour les phases HD et BD [42], qui avancent un module d'Young de la particule de CSH  $E_s = 65 \text{ GPa}$  et  $\nu_s = 0,3$  permettant de retrouver les raideurs des phases HD et BD obtenues par nanoindentation, respectivement  $E_{HD} \simeq 29,4 \text{ GPa}$  et  $E_{BD} \simeq 21,7 \text{ GPa}$ , et  $\nu_{HD} = \nu_{BD} = 0,24$  [35]. De plus, la répartition volumiques des phases CSH BD et HD a été tirée de [153] :

$$m_{bd} = 3.017 \frac{e}{c} \alpha - 1,347\alpha + 0,538 \quad (3.8)$$

où  $m_{bd}$  est la proportion des CSH BD par rapport aux CSH HD et  $\alpha$  est le degré d'hydratation de la pâte considérée. Ici, pour les pâtes durcies étudiées, on considère que  $\alpha = 1$  et pour e/c = 0,5 on a donc  $m_{bd} = 0,7$ , soit la répartition 70 % de CSH BD et 30 % de CSH HD.

Les propriétés élastiques de la portlandite sont également nécessaires. On utilisera les valeurs proposées par [35, 102] en supposant un comportement isotrope avec  $E_{CH} = 38 \text{ GPa}$  et  $\nu_{CH} = 0,31$ .

Finalement, concernant les sulfoaluminates, [69, 146] proposent de prendre pour les AFt les propriétés élastiques du gel CSH (proches de celles proposées au 3.1.2) et pour les AFm celles de la portlandite. On considèrera ici un comportement isotrope de ces hydrates. En vue de simplifier la modélisation et faute de connaissance sur la répartition volumique de ces deux phases, on assimilera les AFt et les AFm à une même phase, constituée de sphères isotropes (moyenne entre la forme fibrillaire des AFt et celle en feuillet des AFm) dont les propriétés élastiques seront prises égales à celles déterminées par [145] et proposées par [69, 146], soit  $E_A = 22,4 \text{ GPa}$  et  $\nu_A = 0,25$ . On fera de plus, faute d'information à ce sujet, que ces propriétés sont invariantes suite à la décomposition thermique de ces phases.

### 3.3.4 Schéma d'homogénéisation avec des sphères CSH

Nous présentons ici un modèle d'homogénéisation pour la pâte de ciment basé sur le modèle de [35]. Il considère 3 niveaux de représentation.

### 3.3 Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment

- le Niveau 0 : c'est le niveau du globule ou particule élémentaire de CSH, une sphère de quelques nanomètres de diamètre.
- le Niveau 1 : les phases CSH BD et HD, assemblages aléatoires de particules de CSH, avec des compacités  $\eta_{BD} = 0,64$  et  $\eta_{HD} = 0,74$  (schéma auto-cohérent).
- le Niveau 2 : gel CSH constitué d'une matrice BD et d'inclusions HD (schéma de Mori-Tanaka).
- le Niveau 3 : la pâte de ciment, constituée d'une matrice gel CSH, d'inclusions sphériques de portlandite, éventuellement de clinker et des vides d'air (schéma de Mori-Tanaka).

[1] prévoit, pour une pâte d'e/c 0,5, une fraction volumique de vides d'air  $f_v = 0,03$ , présents au Niveau 3. Une représentation de ce modèle est donnée sur la figure 3.33.

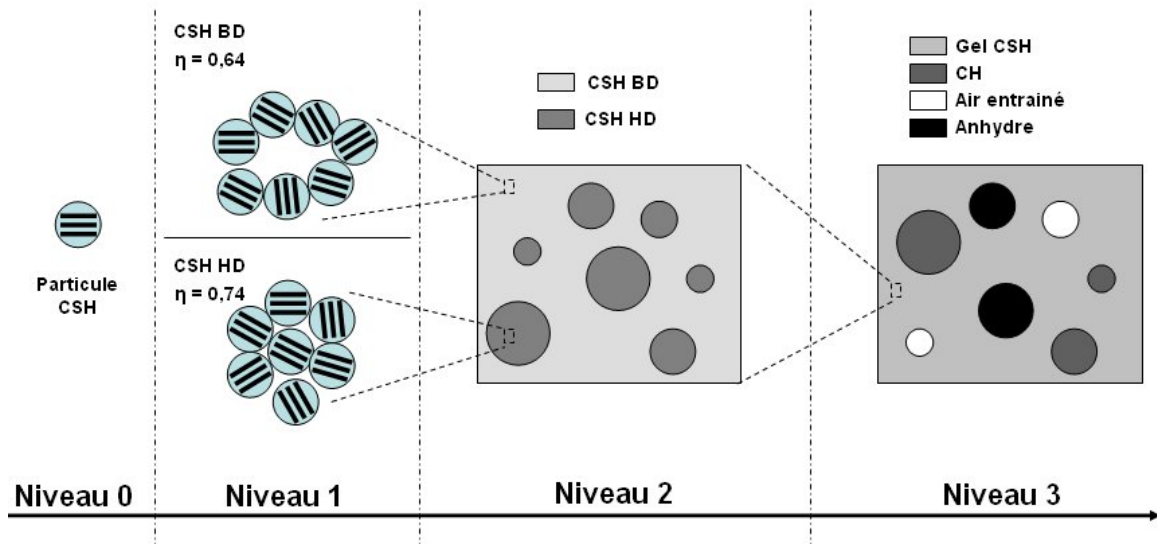


FIGURE 3.33 – Représentation multi-échelle de la pâte de ciment durcie selon [35].

Le modèle que nous utiliserons diffère peu de ce dernier. Nous prendrons en compte la fraction volumique de sulfoaluminates prédite par le modèle d'hydratation. Cette phase a une dimension semblable à la portlandite, c'est donc une phase du Niveau 3. Par ailleurs, la gestion de la macroporosité sera différente. Comme évoqué plus haut, le modèle d'hydratation prévoit une fraction volumique de pores capillaires ; les plus gros pores d'une pâte de ciment de rapport e/c 0,5 ont une taille d'une centaine de nanomètre, supérieure à la dimension des particules de CSH (d'un facteur 5-20) mais inférieure d'un facteur 20-30 à la dimension des cristaux de portlandite ou de ceux des sulfoaluminates, micrométriques. On considèrera que les vides d'air prédits par [1] font partie de cette porosité ( $f_v = 0,03$ ), et que le reste de porosité ( $f_{cap} = f_c - f_v = 0,15 - 0,03 = 0,12$ ) sera traité au Niveau 2 comme pores aux côtés d'inclusions sphériques de CSH HD dans une matrice de CSH BD. Ce Niveau 2 correspond au gel CSH.

Le schéma utilisé est donc le suivant :

- le Niveau 0 : la particule élémentaire sphérique de CSH, constituée d'un empilement de feuillets parallèles.
- le Niveau 1 : les phases CSH BD et HD, assemblages aléatoires de particules de CSH, avec des compacités  $\eta_{BD} = 0,64$  et  $\eta_{HD} = 0,74$  (schéma auto-cohérent).
- le Niveau 2 : gel CSH constitué d'une matrice de CSH BD, d'inclusions sphériques de CSH HD et de pores capillaires (schéma de Mori-Tanaka).

- le Niveau 3 : la pâte de ciment, constituée d'une matrice de gel CSH, de portlandite, de sulfoaluminates et éventuellement de clinker ainsi que des vides d'air (schéma de Mori-Tanaka).

Ce modèle est représenté sur la figure 3.34.

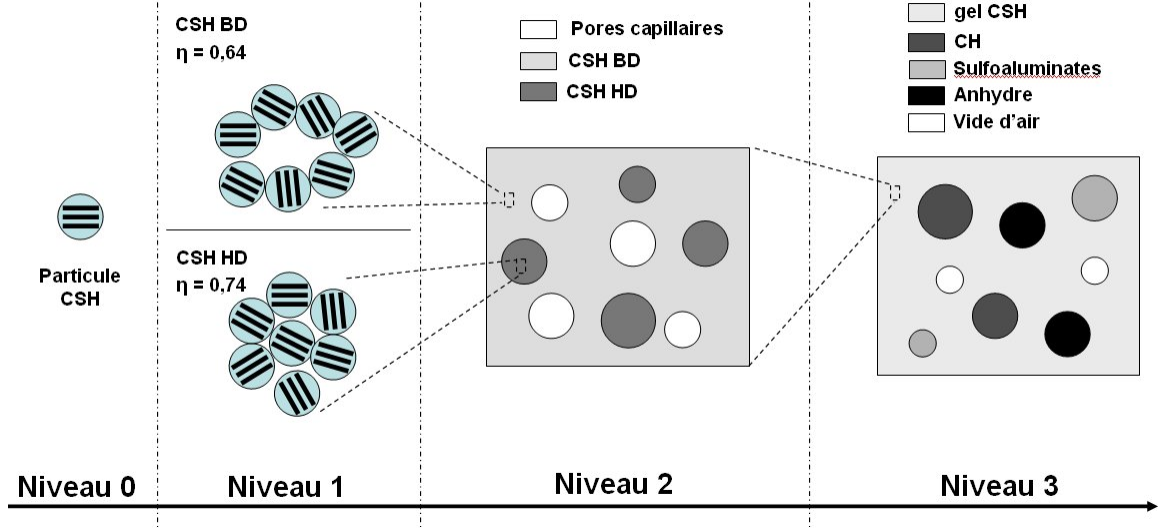


FIGURE 3.34 – Représentation multi-échelle de la pâte de ciment durcie utilisée ici.

### Le Niveau 1 : les phases CSH BD et HD

On prendra ici pour l'élasticité de la particule élémentaire de CSH les coefficients élastiques  $E_s = 65 \text{ GPa}$  et  $\nu_s = 0,3$ , et les compacités considérées seront  $\eta_{HD} = 0,74$  et  $\eta_{BD} = 0,64$ . On peut alors comparer les coefficients élastiques prédits par le schéma auto-cohérent du Niveau 1 avec ceux obtenus par nanoindentation par [35] :

$$\begin{aligned}
 k_{BD}^{exp} &= 13,9 \text{ GPa} & k_{BD_1}^{ac} &= 11,5 \text{ GPa} \\
 \mu_{BD}^{exp} &= 8,8 \text{ GPa} & \mu_{BD_1}^{ac} &= 7,3 \text{ GPa} \\
 E_{BD}^{exp} &= 21,7 \text{ GPa} & E_{BD_1}^{ac} &= 18,1 \text{ GPa} \\
 \nu_{BD}^{exp} &= 0,24 & \nu_{BD_1}^{ac} &= 0,24 \\
 k_{HD}^{exp} &= 18,8 \text{ GPa} & k_{HD_1}^{ac} &= 21,6 \text{ GPa} \\
 \mu_{HD}^{exp} &= 11,3 \text{ GPa} & \mu_{HD_1}^{ac} &= 12,3 \text{ GPa} \\
 E_{HD}^{exp} &= 29,4 \text{ GPa} & E_{HD_1}^{ac} &= 31,1 \text{ GPa} \\
 \nu_{HD}^{exp} &= 0,24 & \nu_{HD_1}^{ac} &= 0,26
 \end{aligned} \tag{3.9}$$

Les valeurs des coefficients élastiques des phases HD et BD prédites par le schéma avec les compacités calculées sont comparables aux valeurs obtenues par nanoindentation.

### Calcul des fractions volumiques aux différents niveaux

Étant donné le choix fait concernant la porosité capillaire, à savoir qu'une grande partie de cette porosité était incluse dans le gel CSH, il faut recalculer les fractions volumiques des

### 3.3 Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment

différents phases. Si les fractions de portlandite et de sulfoaluminates sont celles du modèle d'hydratation, il est nécessaire de corriger les fractions volumiques utilisées aux différents niveaux pour finalement obtenir au niveau 3 les fractions volumiques du modèle d'hydratation. Il faut ainsi calculer la fraction volumique de pores au Niveau 2  $\varphi_2^{gel}$  et la répartition des phases HD et BD. Le modèle d'hydratation prévoit une fraction volumique de CSH  $f_{CSH} = 0,54$ . Cette fraction est un bilan chimique, elle ne prend pas en compte l'arrangement des hydrates, et nous y ajouterons donc une part de la porosité capillaire. La fraction volumique du gel CSH devient donc, en incluant la porosité capillaire :  $f_{gel} = f_{CSH} + f_{cap} = 0,66$ . On sait que la fraction de la phase CSH BD par rapport à la phase CSH HD est de  $m_{bd} = 0,7$ . Au niveau 2, la fraction volumique des phases BD, HD et des pores devient donc :  $f_2^{BD} = m_{bd}f_{CSH}/f_{gel}$ ,  $f_2^{HD} = (1 - m_{bd})f_{CSH}/f_{gel}$  et  $\varphi_2^{gel} = f_{cap}/f_{gel}$ . On a donc :  $f_2^{BD} = 0,55$ ,  $f_2^{HD} = 0,25$  et  $\varphi_2^{gel} = 0,18$ . On peut alors calculer la valeur de la porosité totale de la pâte prédite par le modèle avec les compacités utilisées. On a en effet une porosité à 3 échelles [42] :

- une porosité intraglobule ou interlamellaire :  $\varphi_g = 0,18$ .
- une porosité à l'intérieur de l'empilement des phases CSH HD et BD, respectivement  $\varphi_{HD} = 1 - \eta_{HD} = 0,26$  et  $\varphi_{BD} = 1 - \eta_{BD} = 0,36$ .
- une porosité capillaire prédite par le modèle d'hydratation  $\varphi_c = 0,15$ , composée des pores capillaires du gel CSH et de vides d'air.

La porosité totale est alors calculée par :

$$\phi_{p\hat{a}te} = (\varphi_g \eta_{BD} + (1 - \eta_{BD})) f_{CSH} m_{bd} + (\varphi_g \eta_{HD} + (1 - \eta_{HD})) f_{CSH} (1 - m_{bd}) + \varphi_c \quad (3.10)$$

On obtient ici pour la pâte d'e/c 0,5 :  $\phi_{0,5} = 39,3\%$ . Cette valeur est à comparer à la valeur moyenne de la porosité mesurée sur trois échantillons de pâte d'e/c 0,5, soit 39,0 % (valeur présentée ultérieurement) ou celle prédite par le modèle de Powers de 40 %. La prédiction de ce modèle de porosité à 3 échelles est donc cohérente avec les résultats expérimentaux alors que la première version sous-estime la porosité totale.

#### Le Niveau 2 : le gel CSH

Le Niveau 1 étant atteint, les différentes fractions volumiques calculées, on utilise un schéma de Mori-Tanaka pour estimer les propriétés homogénéisées au Niveau 2. Le milieu à ce niveau est constitué d'une matrice CSH BD, d'inclusions sphériques de CSH HD et pores capillaires sphériques, avec une porosité  $\varphi_2^{gel} = 0,18$ . Les résultats au Niveau 2 sont les suivants :

$$\left\{ \begin{array}{l} k_{gel}^{mt} = 9,0 \text{ GPa} \\ \mu_{gel}^{mt} = 5,8 \text{ GPa} \\ E_{gel}^{mt} = 14,3 \text{ GPa} \\ \nu_{gel}^{mt} = 0,23 \end{array} \right. \quad (3.11)$$

#### Le Niveau 3 : la pâte de ciment

Finalement un dernier schéma de Mori-Tanaka au Niveau 3 pour une microstructure constituée d'un gel CSH  $f_{gel} = 0,66$ , d'inclusions sphériques de portlandite  $f_{port} = 0,15$ , d'inclusions sphériques de sulfoaluminates  $f_{AL} = 0,16$  et de vides d'air (pores sphériques)  $f_v = 0,03$  donne



les résultats suivants :

$$\begin{cases} k_{p\grave{a}te}^{mt} = 10,8 \text{ GPa} \\ \mu_{p\grave{a}te}^{mt} = 6,7 \text{ GPa} \\ E_{p\grave{a}te}^{mt} = 16,6 \text{ GPa} \\ \nu_{p\grave{a}te}^{mt} = 0,24 \text{ GPa} \end{cases} \quad (3.12)$$

Le module d'Young estimé par le modèle précédent est bien supérieur au module obtenu sur les échantillons séchés à  $60^\circ\text{C}$  de diamètre 37 mm, à savoir  $E_{0,5\Phi=37} = 13,0 \text{ GPa}$ , mais assez proche de la valeur retenue sur les  $\Phi 20$ ,  $E_{0,5\Phi 20} = 15,3 \text{ GPa}$ . Cela était attendu étant donné l'effet du séchage qui diminue la raideur de la pâte de ciment de 10 à 40 % (voir 3.1.3). Aussi nous avons effectué des essais de compression simple sur trois échantillons de diamètre 37 mm de pâte de ciment d'e/c 0,5 saturés. Nous avons obtenu les modules d'Young suivants :  $E_{sat_1} = 16,9 \text{ GPa}$ ,  $E_{sat_2} = 17,3 \text{ GPa}$  et  $E_{sat_3} = 17,1 \text{ GPa}$ .

L'estimation du modèle est ainsi proche de ces valeurs. Le séchage a donc diminué le module d'Young des échantillons de pâte de ciment de l'ordre de 24 % pour les  $\Phi 37$  et de 11 % pour les  $\Phi 20$ , soit l'ordre de grandeur annoncé. Il faut donc modifier le modèle pour prendre en compte l'effet du séchage. Néanmoins, de nombreuses questions subsistent quant à cet effet sur les hydrates CSH notamment. Nous ferons ici l'hypothèse que le séchage à  $60^\circ\text{C}$  affecte l'eau adsorbée sur les particules de CSH, ce qui a pour effet de diminuer l'effet de cohésion entre les particules. Nous prendrons ainsi en compte ce phénomène par le biais du modèle à interfaces imparfaites à discontinuité de déplacement présenté auparavant. Ainsi on affecte une raideur d'interface aux particules sphériques de CSH, si bien qu'il n'y a plus adhérence parfaite entre les particules mais une raideur d'interface finie (voir figure 3.35).

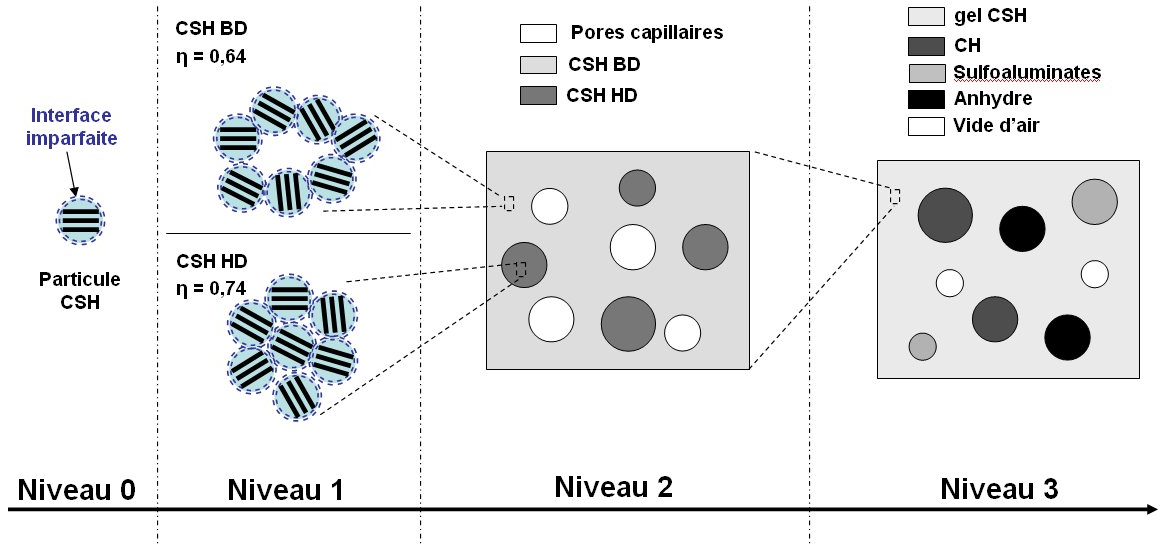


FIGURE 3.35 – Représentation multi-échelle de la pâte de ciment durcie avec des particules de CSH à interfaces imparfaites.

Cette modélisation introduit une dimension des particules, dont nous prendrons un rayon  $r_{CSH} = 2,5 \text{ nm}$  [61, 81, 109]. En vue de simplifier la modélisation, nous supposons que ces interfaces ont un comportement isotrope ( $K_t = K_n = K_{int}$ ) et que toutes les particules de CSH ont la même raideur d'interface (pas de différenciation entre les CSH de la phase BD ou HD). Il reste ainsi un seul paramètre  $K_{int_{60}}$  à déterminer afin de retrouver le module d'Young expérimental. Soit  $E_{p\grave{a}te(K_{int})}$  la fonction module d'Young estimé par le schéma précé-

### 3.3 Estimation des propriétés élastiques de la pâte de ciment

dent en fonction de la raideur d'interface des particules  $K_{int}$ . Nous allons tenter de minimiser la valeur absolue de la différence  $E_{p\hat{a}te(K_{int})} - E_{0,560}$ . On s'aperçoit que, sous les hypothèses considérées, cette minimisation conduit à une valeur unique de la raideur d'interface (voir figure 3.36). Pour la déterminer nous avons procédé par dichotomie. La valeur trouvée, notée

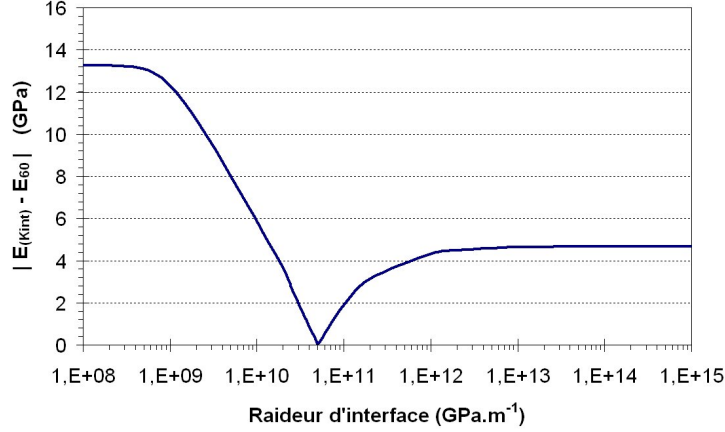


FIGURE 3.36 – Evolution de la valeur absolue de la différence  $E_{p\hat{a}te(K_{int})} - E_{0,560}$  en fonction de la raideur d'interface  $K_{int}$

$K_{n60}$ , est  $K_{n60} = 22,4 \cdot 10^{10} \text{GPa}\cdot\text{m}^{-1}$ , soit un rapport  $r_{CSH} \cdot K_{n60} / k_s = 10$ . Nous obtenons alors  $E_{p\hat{a}te(K_{n60})} = 15,3 \text{GPa}$  et  $\nu_{p\hat{a}te(K_{n60})} = 0,23$ . Nous utiliserons cette raideur d'interface par la suite pour déterminer les propriétés poro-élastiques. De plus, on pourrait réduire encore cette raideur d'interface pour retrouver les résultats expérimentaux obtenus sur les échantillons de 37 mm. Notons que si l'estimation du module d'Young est satisfaisante, l'estimation du coefficient de Poisson ne l'est pas. Ceci pourrait s'expliquer par la non prise en compte de l'anisotropie de forme et mécanique des hydrates. Il serait néanmoins possible, même dans le cas isotrope, d'améliorer cette estimation en levant l'hypothèse  $K_n = K_t$ , la situation  $K_n < K_t$  permettant de diminuer le coefficient de Poisson. Cela n'a toutefois pas été fait ici.

#### Schéma d'homogénéisation avec des briques CSH

D'autres modèles micromécaniques représentent les CSH par des briques selon les dimensions proposées par [61, 109]. Ce modèle micromécanique est proposé par [118, 133] et adopte la vision *inner* et *outer* proposée notamment par [65, 66, 126, 127, 151]. En effet, les CSH HD se forment dans les espaces confinés, qui peuvent être notamment les espaces occupés initialement par les grains anhydres, et sont ainsi assimilés aux *inner* CSH, tandis que les CSH BD sont les *outer* CSH. On peut observer cette représentation sur la figure 3.37. La microstructure est constituée d'une matrice CSH BD, d'inclusions sphériques de CSH HD, de portlandite et de sulfoaluminates. Les particules de CSH sont des ellipsoïdes aplatis de rapport d'aspect  $\omega_{CSH} = 0,12$ . En effet la particule est vue comme une brique de 5 nm de hauteur, 30 nm de largeur et 60 nm de longueur, soit un rapport d'aspect  $5/\sqrt{30 \cdot 60} \simeq 0,12$ .

Nous ne prendrons pas en compte dans ce travail de morphologie non sphérique pour les hydrates, se rappelant toutefois de l'influence de cette morphologie sur les propriétés effectives.

#### 3.3.5 Coefficient de Biot homogénéisé

##### Cas du modèles à interfaces parfaites

Nous utilisons ici le modèle précédent avec des interfaces parfaites pour déterminer les propriétés poro-élastiques de la pâte de ciment, et notamment le coefficient de Biot. Le principe de

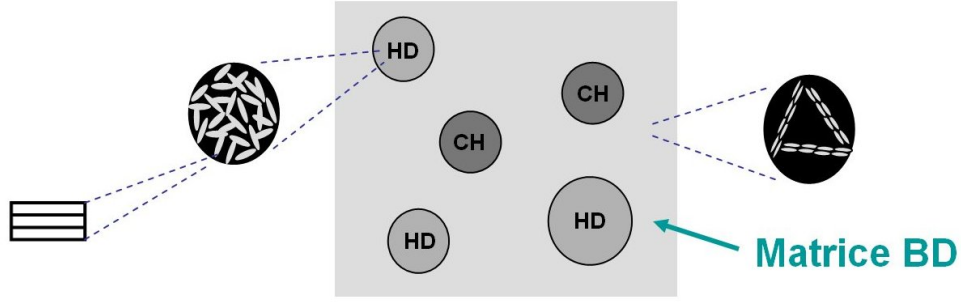


FIGURE 3.37 – Modèle micromécanique de la pâte de ciment avec des briques CSH [118, 133].

calcul a été présenté au 2.4.6. A la différence de ce qui a été fait pour le mortier, l'estimation du coefficient de Biot d'un milieu polycristallin poreux est nécessaire ici. Nous calculons donc l'estimation auto-cohérente du coefficient de Biot d'un milieu composé de sphères solides isotropes (modules élastiques  $k_s$  et  $\mu_s$ ) et de pores sphériques (porosité  $\varphi$ ). Le résultat obtenu est le suivant :

$$B_{ac_{hom}} = \frac{\varphi(3k_s + 4\mu_{ac})}{(3\varphi k_s + 4\mu_{ac})} \quad (3.13)$$

où  $\mu_{ac}$  est l'estimation auto-cohérente du module de cisaillement d'un tel milieu. Nous pouvons ainsi appliquer ce résultat au Niveau 1 du modèle utilisé pour déterminer les coefficients de Biot des phases CSH BD et CSH HD. Les estimations obtenues sont :  $b_{BD} = 0,79$  et  $b_{HD} = 0,6$ . Le schéma utilisé aux niveaux 2 et 3 étant le schéma de Mori-Tanaka, nous pouvons utiliser les résultats obtenus au 2.4.6 avec les coefficients de Biot précédemment calculés et en supposant que les phases d'hydrates portlandite et sulfoaluminates sont non poreuses et n'ont pas de comportement poro-élastique. Les résultats obtenus sont alors :  $b_{gel} = 0,83$  et  $b_{pâte} = 0,69$ . On compare cette dernière estimation au coefficient de Biot mesuré expérimentalement :  $b_{60} = 0,74$ . Il y a une différence de 8 % entre la valeur expérimentale et la valeur théorique. Néanmoins nous avons vu dans la partie précédente que le séchage a un impact majeur sur les propriétés de la pâte et nous avons décidé de le prendre en compte par une raideur finie de l'interface des particules de CSH. Cela mène à une nouvelle estimation du coefficient de Biot.

### Cas du modèles à interfaces imparfaites

Nous utilisons ici la version à interfaces imparfaites du modèle utilisé ainsi que la valeur de la raideur d'interface calculée plus haut,  $K_{n_{60}} = 22,4 \cdot 10^{10} \text{ GPa} \cdot \text{m}^{-1}$ . Nous utilisons la même démarche qu'au 2.5.2 en prenant en compte un comportement poro-élastique de l'interface des particules de CSH, avec un coefficient de Biot  $b_{int}$ . L'estimation auto-cohérente du coefficient de Biot pour une microstructure constituée de sphères solides isotropes (de rayon moyen  $r_s$ ) à interfaces imparfaites et de pores sphériques est la suivante :

$$B_{ac}^{int} = \frac{12b_{int}\mu_{ac}k_s(1-\varphi) + r_sK_n\varphi(3k_s + 4\mu_{ac}) + 12\varphi k_s\mu_{ac}}{r_sK_n(3k_s\varphi + 4\mu_{ac}) + 12k_s\mu_{ac}} \quad (3.14)$$

Nous pouvons alors appliquer cette estimation au Niveau 1 du modèle avec la raideur  $K_{n_{60}}$  et le rayon des particules considéré. Reste à déterminer la valeur du coefficient  $b_{int}$  permettant de retrouver la valeur expérimentale. Nous prendrons ici  $b_{60}^{int} = 1$ . On a alors :  $b_{BD}^{int} = 0,82$ ,  $b_{HD}^{int} = 0,67$ ,  $b_{gel}^{int} = 0,85$  et  $b_{pâte}^{int} = 0,71$ . L'utilisation d'un modèle avec interfaces imparfaites ainsi que le choix d'un comportement poro-élastique de l'interface permet d'améliorer légèrement l'estimation.

#### 3.3.6 Remarques sur le modèle proposé

Le modèle utilisé permet de retrouver les résultats expérimentaux. Néanmoins il nécessite l'ajustement de 2 paramètres ( $K_{n_{60}}$  et  $b_{60}^{int}$ ) sous certaines hypothèses, il faudra donc garder en mémoire ces limitations. On a en effet considéré que le séchage n'avait impacté que les interfaces des particules de CSH (et non les sphères de CSH HD, ni de portlandite ou de sulfoaluminates) et que toutes ces particules avaient la même raideur d'interface. De plus il se base sur une représentation sphérique des hydrates CSH qui peut être contestable au vu d'observations à l'échelle nanométrique. Cela reste un choix faute de disposer de la microstructure vraie de la pâte de ciment.

Enfin, la vision CSH HD et CSH BD peut aussi être discutée. En effet elle se base notamment sur des résultats de nanoindentation et certains auteurs contestent ces résultats, l'exploitation de ces mesures oubliant que la pâte n'est pas composée que de CSH [156]. D'autant plus que dans un souci de simplification, la portlandite a été considérée sous sa forme micrométrique alors qu'il semblerait que des cristaux de portlandite nanométriques se forment dans l'espace poreux du gel CSH, ce qui pourrait également expliquer la signature d'une phase HD qui serait un mélange de CSH et de ces cristaux de portlandite [6, 142, 156]. Cette vision simplifiée de la microstructure est néanmoins nécessaire et permettra de discuter les résultats expérimentaux présentés dans la suite.

## Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés aux propriétés élastiques et poro-élastiques des pâtes de ciment ainsi qu'à l'analyse de la microstructure de ces pâtes. Ainsi nous avons vu que cette microstructure est encore mal connue, et notamment la morphologie de son composant majoritaire, les CSH. Aussi un choix de modélisation a été nécessaire. Nous avons ainsi opté pour une représentation sphérique de la particule de CSH ainsi que pour la vision CSH BD et CSH HD couramment évoquée. Il s'est avéré que l'état de référence choisi, le séchage à  $60^{\circ}C$ , avait un impact majeur sur les propriétés observées, ce qui expliquait les écarts entre les estimations micromécaniques et les mesures expérimentales. La phénomène de séchage a ainsi été pris en compte en faisant le choix d'un défaut d'adhérence à l'interface des particules de CSH, et un calcul inverse a ainsi permis de déterminer, sous certaines hypothèses, les propriétés de cette interface pour l'état de référence considéré.



## Chapitre 4

# Résistance des matériaux cimentaires secs

*Ce chapitre présente l'application des techniques expérimentales et de modélisation choisies à la caractérisation de la résistance mécanique des matériaux cimentaires à l'état sec de référence de 60°C. Après une présentation des résultats expérimentaux obtenus sur la pâte de ciment, nous présenterons le cadre théorique de l'estimation de la résistance basée sur la méthode sécante modifiée ainsi que différentes estimations réalisées concernant le domaine de résistance des matériaux cimentaires secs.*

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Mesure de la résistance des matériaux cimentaires secs . . . . .</b>	<b>106</b>
<b>4.2</b>	<b>Estimation de la résistance du mortier . . . . .</b>	<b>107</b>
4.2.1	Moyenne quadratique de la déformation déviatorique . . . . .	107
4.2.2	Moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface . .	108
4.2.3	Un problème d'homogénéisation non linéaire . . . . .	109
4.2.4	Rupture de la matrice solide . . . . .	109
4.2.5	Rupture à l'interface des grains . . . . .	112
<b>4.3</b>	<b>Estimation de la résistance de la pâte de ciment . . . . .</b>	<b>113</b>
4.3.1	Rupture à l'interface des particules de CSH dans la phase BD . . . . .	113
4.3.2	Rupture mixte intra et inter-particulaire . . . . .	117

---

## 4.1 Mesure de la résistance des matériaux cimentaires secs

Nous présentons ici les résultats obtenus sur les pâtes séchées à  $60^{\circ}\text{C}$ , pour les rapports  $e/c$  0,3 et 0,5. On s'intéresse ici à la résistance en compression simple des échantillons testés et listés dans le tableau 3.19. Pour ce faire on poursuit l'essai de compression simple présenté au 2.1.1 jusqu'à atteindre un effort maximal entraînant la rupture de l'échantillon. On peut alors s'intéresser au mode de rupture et à l'allure de la courbe contrainte-déformation une fois la zone exploitée pour la détermination des propriétés élastiques ( $\leq 10 \text{ MPa}$ ) dépassée. Le comportement reste quasi-linéaire au-delà de cette zone et la rupture observée est fragile (voir figure 4.1).

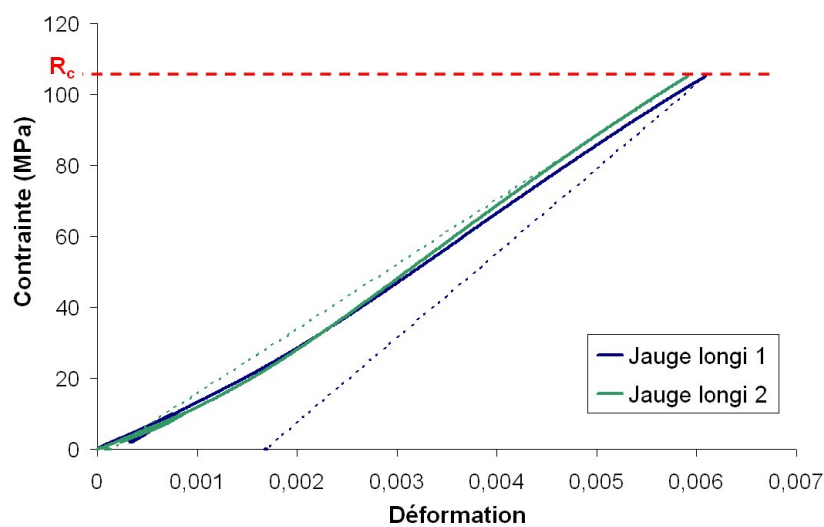


FIGURE 4.1 – Courbe contrainte-déformation des deux jauges longitudinales de l'échantillon  $e/c$  0,3 1.2 testé jusqu'à rupture.

Les résultats sont les suivants :

$N^{\circ}$ éch.	$e/c$	$\Phi$ (mm)	H (mm)	$R_c$ (MPa)	$E$ (GPa)
1.1	0,3	37,2	69,4	90,2	26
1.2	0,3	36,9	61,5	105,0	18
1.4	0,3	19,7	39,6	114	23,8
1.5	0,3	19,7	39,7	101	26,5
2.1	0,5	37,2	69,6	42,4	12,4
2.2b	0,5	37,2	69,6	40,5	14,2
2.4	0,5	20,0	39,6	72,7	15,7
2.5	0,5	19,7	39,6	83,4	16,1

FIGURE 4.2 – Résistance en compression simple des échantillons séchés à  $60^{\circ}\text{C}$  pour deux rapports  $e/c$  de 0,3 et 0,5 .

On obtient une différence importante entre les 2 rapports  $e/c$  testés. En effet, on n'observe pas d'effet d'échelle concernant les échantillons d' $e/c$  0.3, la résistance en compression simple étant sensiblement la même pour les deux dimensions d'échantillon. Or, pour le rapport  $e/c$  0.5, on obtient un effet d'échelle important, avec une résistance moyenne de 41,5 MPa pour les  $\Phi 37$  contre 78,1 MPa pour les  $\Phi 20$ . Cela peut s'expliquer par la différence des effets du séchage entre les 2 tailles d'échantillons, effet déjà évoqué dans le chapitre 3. On a donc bien un effet de structure lié au séchage d'échantillons de pâte de ciment de *grandes* dimensions. Se posera alors la question

de la résistance à prendre en compte quand on souhaitera estimer la résistance du mortier. Cet effet ne se retrouve pas pour les échantillons d'e/c 0,3. On peut peut-être comprendre ce résultat en se souvenant de l'existence d'un rapport e/c critique pour hydrater complètement le ciment anhydre. A e/c 0,5 il y a beaucoup d'eau en excès contrairement à e/c 0,3 où il manque de l'eau (en terme de stœchiométrie); ainsi le séchage impactera davantage les échantillons ayant davantage d'eau, soit les e/c 0,5. On retiendra pour les  $\Phi 37$ ,  $R_{0,5_{60}} = 41,5 \text{ MPa}$  et pour les  $\Phi 20$ ,  $R_{0,5_{60}} = 78,1 \text{ MPa}$ . Par ailleurs, [30] a obtenu pour le mortier M58 séché à  $60^\circ\text{C}$  une résistance moyenne en compression simple de 58 MPa.

## 4.2 Estimation de la résistance du mortier

Nous nous intéressons à l'estimation de la résistance du mortier M58 séché à  $60^\circ\text{C}$ . Contrairement à ce qui a été fait précédemment, où nous avons considéré uniquement des comportements linéaires pour estimer les propriétés élastiques du mortier, il faut ici réutiliser ces modèles dans un cadre non-linéaire. Afin de déterminer un critère macroscopique du matériau étudié connaissant les critères de rupture microscopiques, on met en œuvre une démarche d'homogénéisation non-linéaire basée sur la méthode sécante modifiée [13, 26, 47, 132, 147]. Nous considérerons ici deux mécanismes de rupture microscopiques :

- une rupture intra-matricielle
- une rupture à l'interface des grains

Nous supposons ainsi un critère de Von-Mises pour la matrice (critère portant sur le déviateur des contraintes :  $f_{(\sigma)} = \sigma_d - k_{VM} < 0$ ) et un critère portant sur la composante tangentielle du vecteur contrainte à l'interface  $\underline{T}_t$ . Cette méthode nécessite dans un premier temps de résoudre un problème d'homogénéisation linéaire (ce qui a été fait précédemment) et d'estimer la moyenne quadratique des déformations déviatoriques dans la matrice pour le premier mécanisme de rupture, ainsi que la moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface pour le second. On se place ici dans la morphologie évoquée plus haut : une matrice solide isotrope et des inclusions sphériques isotropes entourées d'une interface imparfaite.

### 4.2.1 Moyenne quadratique de la déformation déviatorique

On cherche à estimer la moyenne quadratique de la déformation déviatorique dans une phase à partir du calcul de l'énergie élastique du milieu. Cette démarche est inspirée de [89]. On introduit d'abord la déformation déviatorique équivalente  $\epsilon_d$  définie par :

$$\epsilon_d^2 = \frac{1}{2} \epsilon_d : \epsilon_d \quad (4.1)$$

où  $\epsilon_d = \epsilon - \text{Tr}(\epsilon)/3 \mathbf{1}$  est la déformation déviatorique. La moyenne quadratique  $\langle \epsilon_d^2 \rangle_i$  de cette déformation équivalente sur le milieu  $\Omega_i$  est calculée comme suite :

$$\langle \epsilon_d^2 \rangle_i = \frac{1}{|\Omega_i|} \int_{\Omega_i} \epsilon_d^2 \, d\Omega \quad (4.2)$$

Le milieu considéré est constitué d'une matrice (volume  $\Omega_m$ ), d'inclusions sphériques (volume  $\Omega_s$ ) et d'interfaces imparfaites (phase  $\mathcal{I}$ ). La densité d'énergie élastique de ce milieu  $\Psi$  s'écrit, dans le cas d'un comportement élastique linéaire :

$$\Psi = \frac{1}{2 |\Omega|} \left( \int_{\Omega_m} \epsilon_m : \mathbb{C}_m : \epsilon_m \, d\Omega_m + \int_{\Omega_s} \epsilon_s : \mathbb{C}_s : \epsilon_s \, d\Omega_s + \int_{\mathcal{I}} \llbracket \underline{\xi} \rrbracket \cdot \mathbf{K} \cdot \llbracket \underline{\xi} \rrbracket \, dS \right) \quad (4.3)$$



Par ailleurs, on peut exprimer cette densité d'énergie sur le milieu homogénéisé :

$$\Psi = \frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E} = \frac{1}{2} \Sigma : \mathbb{C}_{hom}^{-1} : \Sigma \quad (4.4)$$

L'idée de [89] consiste à dériver l'expression 4.3 par rapport au module de cisaillement de la matrice  $\mu_m$ , à paramètre de chargement  $\mathbf{E}$  ou  $\Sigma$  fixé. On obtient ainsi :

$$\begin{aligned} |\Omega| \frac{\partial \Psi}{\partial \mu_m} &= \int_{\Omega_m} \frac{\partial \varepsilon_m}{\partial \mu_m} : \mathbb{C}_m : \varepsilon_m d\Omega_m + \frac{1}{2} \int_{\Omega_m} \varepsilon_m : \frac{\partial \mathbb{C}_m}{\partial \mu_m} : \varepsilon_m d\Omega_m + \dots \\ &\dots + \int_{\Omega_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial \mu_m} : \mathbb{C}_s : \varepsilon_s d\Omega_s + \int_{\mathcal{I}} \frac{\partial \llbracket \xi \rrbracket}{\partial \mu_m} \cdot \mathbf{K} \cdot \llbracket \xi \rrbracket dS \end{aligned} \quad (4.5)$$

Utilisant la loi de comportement des différentes phases, on peut écrire :

$$|\Omega| \frac{\partial \Psi}{\partial \mu_m} = \int_{\Omega_m} \frac{\partial \varepsilon_m}{\partial \mu_m} : \sigma d\Omega_m + \frac{1}{2} \int_{\Omega_m} \varepsilon_m : 2\mathbb{K} : \varepsilon_m d\Omega_m + \int_{\Omega_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial \mu_m} : \sigma d\Omega_s + \int_{\mathcal{I}} \frac{\partial \llbracket \xi \rrbracket}{\partial \mu_m} \cdot (\sigma \cdot \underline{n}) dS \quad (4.6)$$

On applique alors le Lemme de Hill (généralisé à des champs de déplacements présentant des discontinuités [46]) au champ de contraintes  $\sigma$  (ou au vecteur contrainte  $\sigma \cdot \underline{n}$  pour l'interface) et au champ de déformation  $\frac{\partial \varepsilon}{\partial \mu_m}$  dérivant du champ de déplacement  $\partial \underline{u} / \partial \mu_m$  (ou au champ discontinuité de déplacement  $\partial \llbracket \xi \rrbracket / \partial \mu_m$  pour l'interface), cinématiquement admissible avec la déformation au contour  $\partial \mathbf{E} / \partial \mu_m = \mathbf{0}$ . On obtient finalement :

$$|\Omega| \frac{\partial \Psi}{\partial \mu_m} = 2 \int_{\Omega_m} \epsilon_{dm}^2 d\Omega_m = 2 |\Omega_m| \overline{\epsilon_d^2} \quad (4.7)$$

Par ailleurs, utilisant la relation 4.4, on a aussi :

$$\frac{\partial \Psi}{\partial \mu_m} = \frac{1}{2} \mathbf{E} : \frac{\partial \mathbb{C}_{hom}}{\partial \mu_m} : \mathbf{E} = \frac{1}{2} \left( 9 \frac{\partial k_{hom}}{\partial \mu_m} E_m^2 + 4 \frac{\partial \mu_{hom}}{\partial \mu_m} E_d^2 \right) \quad (4.8)$$

où pour un tenseur d'ordre 2,  $\mathbf{t}$ , on pose  $t_m = 1/3 \text{Tr}(\mathbf{t})$  et  $t_d = (1/2 \mathbf{t}_d : \mathbf{t}_d)^{1/2}$ . En utilisant la loi de comportement macroscopique  $\Sigma = \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E}$ , on peut réécrire la relation 4.8 comme suit :

$$\frac{\partial \Psi}{\partial \mu_m} = -\frac{1}{2} \left( \frac{\partial 1/k_{hom}}{\partial \mu_m} \Sigma_m^2 + \frac{\partial 1/\mu_{hom}}{\partial \mu_m} \Sigma_d^2 \right) \quad (4.9)$$

où le paramètre de chargement est alors  $\Sigma$  (en vue d'estimer la résistance en compression simple notamment). On relie les expressions 4.7 et 4.9 et on obtient l'expression de la moyenne quadratique des déformations déviatoriques dans la matrice sous la forme :

$$4(1 - f_s) \langle \epsilon_d^2 \rangle_m = -\frac{\partial 1/k_{hom}}{\partial \mu_m} \Sigma_m^2 - \frac{\partial 1/\mu_{hom}}{\partial \mu_m} \Sigma_d^2 \quad (4.10)$$

La présence de l'interface intervient donc ici dans l'expression des modules élastiques homogénéisés  $k_{hom}$  et  $\mu_{hom}$ . Nous utiliserons ici l'estimation obtenue par le schéma de Mori-Tanaka, et l'on obtiendra donc une estimation de la moyenne quadratique de la déformation déviatorique dans la matrice.

#### 4.2.2 Moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface

On reproduit la même démarche pour calculer la moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface  $\llbracket \xi_t \rrbracket$ . On décompose le vecteur saut de déplacement à l'interface  $\llbracket \xi \rrbracket$

## 4.2 Estimation de la résistance du mortier

en une partie normale et tangentielle :  $\llbracket \xi \rrbracket = \llbracket \xi_n \rrbracket \underline{n} + \llbracket \xi_t \rrbracket \underline{t}$ . On dérive cette fois l'expression 4.3 par rapport à la raideur d'interface tangentielle  $K_t$  :

$$| \Omega | \frac{\partial \Psi}{\partial K_t} = \int_{\Omega_m} \frac{\partial \varepsilon_m}{\partial K_t} : \sigma \, d\Omega_m + \int_{\Omega_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial K_t} : \sigma \, d\Omega_s + \int_{\mathcal{I}} \frac{\partial \llbracket \xi \rrbracket}{\partial K_t} \cdot (\sigma \cdot \underline{n}) \, dS + \frac{1}{2} \int_{\mathcal{I}} \llbracket \xi \rrbracket \cdot \frac{\partial \mathbf{K}}{\partial K_t} \cdot \llbracket \xi \rrbracket \, dS \quad (4.11)$$

Après utilisation du Lemme de Hill au champ de contraintes  $\sigma$  et au champ de déformation  $\partial \varepsilon / \partial K_t$ , on obtient, sachant que  $\partial \mathbf{K} / \partial K_t = \mathbf{1} - \underline{n} \otimes \underline{n}$  et que  $(\mathbf{1} - \underline{n} \otimes \underline{n}) \cdot \llbracket \xi \rrbracket = \llbracket \xi_t \rrbracket \underline{t}$  :

$$| \Omega | \frac{\partial \Psi}{\partial K_t} = \frac{1}{2} \int_{\mathcal{I}} \llbracket \xi_t \rrbracket^2 \, dS = \frac{1}{2} | \mathcal{I} | \langle \llbracket \xi_t \rrbracket^2 \rangle_{\mathcal{I}} \quad (4.12)$$

On dérive par ailleurs l'expression 4.4 par rapport à  $K_t$  pour obtenir :

$$\frac{| \mathcal{I} |}{| \Omega |} \langle \llbracket \xi_t \rrbracket^2 \rangle_{\mathcal{I}} = - \frac{\partial 1/k_{hom}}{\partial K_t} \Sigma_m^2 - \frac{\partial 1/\mu_{hom}}{\partial K_t} \Sigma_d^2 \quad (4.13)$$

Encore une fois, l'estimation par le schéma d'homogénéisation choisi des modules  $k_{hom}$  et  $\mu_{hom}$  donne accès à l'estimation de  $\langle \llbracket \xi_t \rrbracket^2 \rangle_{\mathcal{I}}$ . Par ailleurs, dans le cas d'inclusions sphériques de rayon moyen  $r_s$ , on a  $| \mathcal{I} | / | \Omega | = 3f_s/r_s$ .

### 4.2.3 Un problème d'homogénéisation non linéaire

Aux grandes déformations macroscopiques  $\mathbf{E}$ , le comportement macroscopique est non linéaire caractérisé par un tenseur d'élasticité homogénéisé dépendant du niveau de chargement  $\mathbb{C}_{hom}(\mathbf{E})$ , du fait du comportement non-linéaire de la matrice et / ou de l'interface. On envisage deux situations :

- un comportement non linéaire de la matrice : on supposera que le module de cisaillement de la matrice dépend de son niveau de déformation déviatorique  $\mu_m = \mu_m(\varepsilon_d)$ .
- un comportement non linéaire de l'interface : on supposera que la raideur tangentielle d'interface dépend de son niveau de discontinuité de déplacement tangentiel  $K_t = K_t(\llbracket \xi_t \rrbracket)$ .

Dans ces deux cas on s'aperçoit que le problème est très complexe, la déformation locale dépendant du point considéré. On appliquera donc la méthode sécante [147] qui propose d'introduire une grandeur effective homogène par phase rendant compte en moyenne de la non-linéarité. Dans les cas évoqués :

- pour la matrice, on introduira une *déformation effective*  $\epsilon_d^{eff}$  homogène et on aura  $\mu_m = \mu_m(\epsilon_d^{eff})$ . On utilisera la méthode sécante modifiée [147] pour le choix de cette déformation effective qui sera la racine carrée de la moyenne quadratique de la déformation déviatorique dans la matrice  $\sqrt{\langle \epsilon_d^2 \rangle_m}$ .
- pour l'interface, on introduira un *saut de déplacement tangentiel effectif*  $\llbracket \xi_t \rrbracket^{eff}$  homogène et on aura  $K_t = K_t(\llbracket \xi_t \rrbracket^{eff})$ . On choisira de la prendre égale à la racine carrée de la moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface  $\sqrt{\langle \llbracket \xi_t \rrbracket^2 \rangle_{\mathcal{I}}}$ .

### 4.2.4 Rupture de la matrice solide

#### Critère de Von-Mises

Dans un premier temps, on considère que la rupture macroscopique est gouvernée par la rupture dans la matrice. On adopte pour cette dernière un critère de résistance de Von-Mises  $f(\sigma) = \sigma_d - k_{VM} < 0$ . On s'intéresse à un comportement non linéaire de la matrice qui dépend du niveau de déformation déviatorique :

$$\mathbb{C}_m(\varepsilon) = 3k_m \mathbb{J} + 2\mu_m(\varepsilon_d) \mathbb{K} \quad (4.14)$$

On va s'intéresser aux comportements qui asymptotiquementaturent le critère de Von-Mises, c'est à dire  $\sigma_d = 2\mu_m(\epsilon_d)\epsilon_d \xrightarrow{\epsilon_d \text{ grand}} k_{VM}$ . Par exemple choisissons le comportement élastique fictif suivant :

$$\mu_{m(\epsilon_d)} \underset{\epsilon_d \text{ grand}}{\sim} \frac{k_{VM}}{2\epsilon_d} \quad (4.15)$$

$k_m$  est lui gardé constant. Asymptotiquement, on a donc  $\mu_m \ll k_m$  si bien que la matrice paraît incompressible. Aux grandes déformations macroscopiques  $\mathbf{E}$ , le comportement effectif est non linéaire caractérisé par un tenseur d'élasticité homogénéisé dépendant du niveau de chargement  $\mathbb{C}_{hom}$ . On utilise la méthode sécante modifiée [47, 132, 147] avec comme déformation effective  $\sqrt{\langle \epsilon_d^2 \rangle_m}$ . On cherche alors à déterminer la réponse du milieu à des trajets de chargement radiaux  $\mathbf{E} = a\mathbf{e}$ , où l'on vient progressivement augmenter  $a$ , et on détermine les états de contraintes macroscopiques asymptotiques  $\Sigma = \mathbb{C}_{hom(\mathbf{E})} : \mathbf{E}$  correspondant (quand  $a \rightarrow \infty$ ). On obtient ainsi la frontière du domaine des contraintes admissibles en injectant dans la relation 4.10 l'expression de la déformation déviatorique :

$$(1 - f_s)k_{VM}^2 = -\mu_m^2 \frac{\partial 1/k_{hom}}{\partial \mu_m} \Sigma_m^2 - \mu_m^2 \frac{\partial 1/\mu_{hom}}{\partial \mu_m} \Sigma_d^2 \quad (4.16)$$

Reste alors à déterminer les expressions des modules homogénéisés pour le schéma d'homogénéisation considéré (ici un schéma de Mori-Tanaka avec des inclusions sphériques isotropes à interfaces imparfaites, voir les relations 2.30). Nous nous intéressons à une rupture macroscopique provoquée par une rupture dans la matrice, et étant donnés le critère choisi et le comportement fictif considéré, nous pouvons prendre pour expression des modules élastiques homogénéisés les expressions obtenues pour  $k_m \rightarrow \infty$  et  $K_n \rightarrow \infty$ . Aux grandes déformations, c'est à dire lorsque  $\mu_m \rightarrow 0$ , on obtient alors :

$$(1 - f_s)k_{VM}^2 = 2 \frac{1 - f_s}{2 + 3f_s} \Sigma_d^2 \quad (4.17)$$

Le critère de rupture macroscopique est donc également un critère de Von Mises. Par ailleurs la contrainte équivalente de Von Mises  $k_{VM}$  peut être reliée à la limite élastique en compression (ou traction) simple  $\sigma_0$  par  $k_{VM} = \sqrt{3}/3\sigma_0$ . On peut alors déterminer la résistance macroscopique en compression simple d'un tel matériau :

$$\Sigma_0^{hom} = \sigma_0 \sqrt{1 + \frac{3}{2}f_s} \quad (4.18)$$

Le résultat est semblable au cas d'inclusions à adhérences parfaites. L'interface n'a aucune influence ici, tout se jouant dans la matrice. On observe que les inclusions ont un effet renforçant puisqu'ils augmentent la résistance macroscopique. On peut dès lors utiliser la valeur expérimentale de la résistance en compression simple  $\sigma_0^{exp}$  obtenue sur deux échantillons de pâte de ciment d' $e/c$  0,5 de même format (37 mm de diamètre et 70 mm de hauteur) séché à  $60^\circ C$  pour estimer la résistance du mortier M58. On a trouvé  $\sigma_0^{exp} = 41,5 \text{ MPa}$ . Ainsi pour  $f_s = 0,58$ ,  $\Sigma_0^{hom} = 56,8 \text{ MPa}$ , ce qui est très proche de la valeur expérimentale obtenue par [30]  $\Sigma_0^{exp} = 58 \text{ MPa}$ . Néanmoins il faut remarquer que le critère de Von-Mises ne porte que sur la partie déviatorique de la contrainte macroscopique. Ainsi la résistance ne sera pas modifiée par l'application d'une contrainte sphérique. Or, [30] a obtenu au moyen d'essais triaxiaux que la résistance en compression était sensible au confinement appliqué. Ainsi, pour une pression de confinement  $P_c = 5 \text{ MPa}$ , la résistance en compression  $R_c$  passe à  $83,5 \text{ MPa}$ , et pour  $P_c = 10 \text{ MPa}$ ,  $R_c = 102,2 \text{ MPa}$ .

### Critère de Drucker-Prager

Au vu des résultats des essais triaxiaux, on envisage maintenant pour la matrice un critère de Drucker-Prager  $f_{(\sigma)} = \sigma_d + t(\sigma_m - h) < 0$ , où  $t$  est le coefficient de frottement du matériau

## 4.2 Estimation de la résistance du mortier

et  $c = t.h$  sa cohésion. Ce critère dépend de la contrainte sphérique et permet donc de rendre compte de l'effet d'un confinement. Le critère macroscopique est construit de la même manière que précédemment.

Le comportement non-linéaire fictif est modifié (puisqu'il doit saturer aux grandes déformations le critère) :

$$\mu_m(\epsilon_m, \epsilon_d) \underset{\epsilon_d \text{ grand}}{\sim} \frac{t(h - 3k_m\epsilon_m)}{2\epsilon_d} \quad (4.19)$$

On prendra comme déformation sphérique effective  $\epsilon_m$  la déformation sphérique moyenne dans la matrice  $\sigma_m/3k_m$ . Il faut donc dans un premier temps estimer la contrainte microscopique sphérique  $\sigma_m$  en fonction du chargement macroscopique pour le schéma considéré. Nous utilisons la résolution du problème d'Eshelby généralisé à cette microstructure pour relier contrainte sphérique dans la matrice  $\sigma_m$  et contrainte macroscopique. On obtient :

$$\sigma_m = \frac{k_m(r_s K_n(3k_s + 4\mu_m) + 12k_s\mu_m)}{k_m r_s K_n(3k_s + 4\mu_m) + 4f_s r_s K_n \mu_m(k_s - k_m) - 12f_s k_s k_m \mu_m(1 - f_s)} \Sigma_m \quad (4.20)$$

Comme précédemment, asymptotiquement on a  $\mu_m \ll k_m$ . On se place de nouveau dans le cas où  $k_m \rightarrow \infty$  et  $K_n \rightarrow \infty$  et on prendra en plus  $k_s \rightarrow \infty$ . Dans ce cas limite, on a :  $\sigma_m = \Sigma_m$ , et la contrainte moyenne dans la matrice reste donc bien finie. La déformation effective déviatorique sera de nouveau prise égale à la racine carrée de la moyenne quadratique de la déformation déviatorique dans la matrice  $\sqrt{\langle \epsilon_d^2 \rangle_m}$ . On obtient alors l'expression du critère macroscopique sous la forme :

$$(1 - f_s)t^2(h - \Sigma_m)^2 = 2 \frac{1 - f_s}{2 + 3f_s} \Sigma_d^2 \quad (4.21)$$

ou encore :

$$\Sigma_d^2 = \frac{2 + 3f_s}{2} t^2 (h - \Sigma_m)^2 = t_{hom}^2 (h_{hom} - \Sigma_m)^2 \quad (4.22)$$

On obtient donc un critère macroscopique de Drucker-Prager avec les coefficients  $t_{hom} = \sqrt{\frac{2 + 3f_s}{2}} t$  et  $h_{hom} = h$ .

### Application à l'estimation de la résistance sous confinement

[30] a obtenu les résultats suivants pour la résistance du mortier M58 sous confinement :

$P_c$ (MPa)	0	5	10
$R_c$ (MPa)	58	83,5	102,2

FIGURE 4.3 – Résistance sous confinement des mortiers M58 séchés à 60°C [30].

On peut alors déterminer les contraintes sphériques et déviatoriques du chargement de cet essai triaxial. Une pression de confinement  $P_c$  est appliquée suivie d'un chargement uni-axial  $\Sigma_{33}$  jusqu'à rupture. Le tenseur des contraintes est donc :

$$\Sigma = \begin{pmatrix} -P_c & 0 & 0 \\ 0 & -P_c & 0 \\ 0 & 0 & -P_c - \Sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (4.23)$$

en gardant une valeur positive pour  $P_c$  et  $\Sigma_{33}$  mais en adoptant une convention de signe exprimant négativement les contraintes de compression. Les contraintes moyennes et déviatoriques correspondant à cet état de contrainte sont :  $\Sigma_m = -P_c - \Sigma_{33}/3$  et  $\Sigma_d = \sqrt{3}\Sigma_{33}/3$ . On injecte

ces expressions dans le critère 4.21 pour déterminer la charge limite  $\Sigma_{33}^{lim}$  permettant d'atteindre le critère :

$$\Sigma_{33}^{lim} = 3 \frac{\sqrt{4 + 6f_s t}(h + P_c)}{2\sqrt{3} - \sqrt{4 + 6f_s t}} \quad (4.24)$$

Une régression linéaire sur les résultats expérimentaux permet de déterminer les coefficients  $t$  et  $h$  du critère de Drucker-Prager de la matrice, soit ici  $t = 0,67$  et  $h = 17,3 \text{ MPa}$ . On peut alors comparer les résultats expérimentaux et la résistance en essai triaxial  $R_c = \Sigma_{33} + P_c$  estimée précédemment (voir figure 4.4). La question de la validité des coefficients  $t$  et  $h$  se pose. On

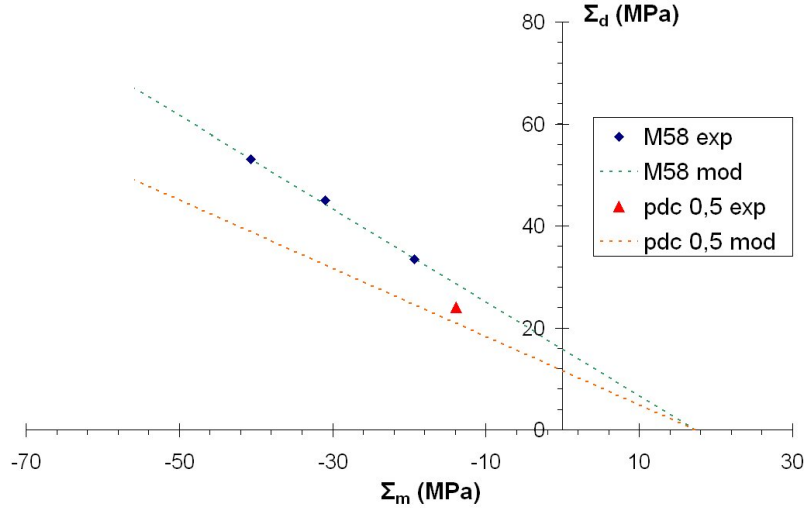


FIGURE 4.4 – Comparaison des résultats expérimentaux et de l'estimation micromécanique de la résistance sous confinement du mortier M58 séché à  $60^\circ\text{C}$  pour  $t = 0,67$  et  $h = 17,3 \text{ MPa}$ .

peut estimer cette validité en calculant la résistance en compression simple  $f_c$  induite par ces valeurs. La relation  $f_c = 4c = 4t.h$  est couramment utilisée et donne ici  $f_c = 46,4 \text{ MPa}$ , de l'ordre de grandeur de la valeur expérimentale  $R_{0,560} = 41,5 \text{ MPa}$  obtenue sur deux échantillons de pâte de ciment séchés à  $60^\circ\text{C}$  de diamètre 37 mm et de 70 mm de hauteur (échantillon 2.1 et 2.2b, voir tableau 4.2). Néanmoins les coefficients précédents ne rendent pas complètement compte de la résistance obtenue sur les échantillons de pâte de ciment. En effet, comme on peut le voir sur la figure 4.4, ces coefficients sous-estiment la résistance en compression simple. On peut alors tenter un autre jeu de paramètres, comme  $t = 0,62$  et  $h = 22 \text{ MPa}$ , pour coïncider davantage avec les résultats expérimentaux pour une fraction de grains de sable nulle ou de 58 % (voir figure 4.5). Toutefois, ce résultat reste insatisfaisant, l'estimation du critère de résistance n'étant pas adapté à la résistance en traction simple des matériaux cimentaires, de l'ordre de 3-5 MPa. Par ailleurs, le domaine de résistance obtenu ne prévoit pas de limite en compression hydrostatique. Un tel essai permettrait de donner plus de visibilité sur les critères et mécanismes de rupture à considérer.

#### 4.2.5 Rupture à l'interface des grains

On peut considérer un mécanisme de rupture à l'interface des grains. Toutefois, dans le schéma de Mori-Tanaka, la rupture des interfaces n'entraîne pas de rupture macroscopique, la matrice assurant la résistance macroscopique. La prise en compte d'un tel mécanisme n'a donc pas d'impact sur l'estimation de la résistance et seul un mécanisme lié à la matrice peut rendre compte de la rupture.

Finalement nous avons pu, par l'utilisation d'un critère de Drucker-Prager pour la matrice, rendre compte des résultats expérimentaux. Ce choix a été motivé par les résultats d'essais

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

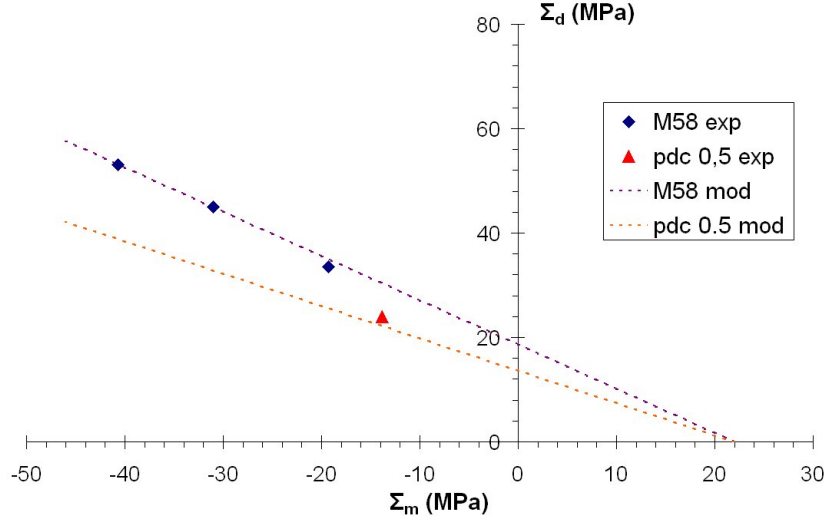


FIGURE 4.5 – Comparaison des résultats expérimentaux et de l'estimation micromécanique du critère de résistance du mortier M58 et de la pâte de ciment séchés à  $60^\circ\text{C}$  pour  $t = 0,62$  et  $h = 22 \text{ MPa}$ .

triaxiaux et par la simplicité de mise en œuvre de ce critère. Toutefois des limites apparaissent (résistance en traction simple, en compression hydrostatique) et on peut se poser la question de l'origine microscopique de ce critère matriciel.

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

La démarche employée ici est similaire à ce qui a été fait précédemment. La différence réside dans la microstructure étudiée, et notamment dans l'aspect polycristallin des phases CSH BD et CSH HD. Le modèle utilisé pour la pâte de ciment est complexe. C'est un modèle sur 3 niveaux et l'on pourrait imaginer de nombreux mécanismes de rupture : à l'interface ou à l'intérieur des cristaux de portlandite et de sulfoaluminates, à l'interface des grains CSH HD avec la matrice CSH BD, à l'intérieur des particules élémentaires de CSH ou à l'interface de ces particules. Il faudrait être capable de quantifier ces différents mécanismes, ce qui n'est pas le cas ici. On peut toutefois faire un choix et s'intéresser au critère de résistance macroscopique induit par des mécanismes de rupture microscopiques à l'échelle du polycristal CSH BD, composé d'un assemblage de particules élémentaires sphériques de CSH ayant une raideur d'interface finie. Cela revient à supposer que la rupture a lieu dans la phase CSH BD uniquement. Le schéma utilisé à cette échelle est un schéma auto-cohérent.

#### 4.3.1 Rupture à l'interface des particules de CSH dans la phase BD

Ce qui suit est inspiré de [49] où la méthode sécante modifiée a été utilisée pour rendre compte de la rupture des matériaux granulaires cohésifs. On s'intéresse ici à un mécanisme microscopique de rupture à l'interface des particules élémentaires de CSH. On a ainsi besoin de l'estimation de la moyenne du saut de déplacement tangentiel à l'interface  $\langle [\xi_t]^2 \rangle$ . Notant  $\mathcal{I}^s$  la surface des particules CSH en contact avec d'autres particules, cette moyenne s'écrit :

$$\langle [\xi_t]^2 \rangle = \frac{1}{|\mathcal{I}^s|} \int_{\mathcal{I}^s} [\xi_t] \cdot [\xi_t] \, dS \quad (4.25)$$

Notant  $k_{\text{pâte}}$  et  $\mu_{\text{pâte}}$  les modules élastiques homogénéisés obtenus par le modèle du 3.3.4, on utilise les expressions  $k_{\text{pâte}}(K_t)$  et  $\mu_{\text{pâte}}(K_t)$  où  $K_t$  est la raideur tangentielle de l'interface des

particules de CSH de la phase CSH BD uniquement. On aura :

$$\frac{|\mathcal{I}^s|}{|\Omega|} \langle \llbracket \xi_t \rrbracket_{BD}^2 \rangle_{\mathcal{I}^s} = -\frac{\partial 1/k_{p\hat{a}te}}{\partial K_t} \Sigma_m^2 - \frac{\partial 1/\mu_{p\hat{a}te}}{\partial K_t} \Sigma_d^2 \quad (4.26)$$

où  $\mathcal{I}^s$  est la surface des particules CSH en contact avec d'autres particules. On peut noter  $\alpha = |\mathcal{I}^s| / |\mathcal{I}|$  la part de la surface de l'interface en contact avec d'autres grains. De plus nous noterons  $\rho = |\mathcal{I}| / |\Omega_{BD}|$  le rapport entre la surface des interfaces des grains CSH et le volume de la phase CSH BD. En supposant un assemblage de sphères de même rayon  $r_{CSH}$ , on a  $\rho = 3\eta_{BD}/r_{CSH}$ . L'estimation de  $\alpha$  est celle utilisée par [49] : elle consiste à estimer la surface de contact entre deux grains ainsi que le nombre de contacts par grain en fonction de la porosité, en supposant que ces quantités ne dépendent pas du grain considéré. On prendra  $\alpha = (1 - \phi)(1 - 2\phi) = \eta_{BD}(2\eta_{BD} - 1)$ . On peut donc réécrire l'équation précédente et obtenir :

$$\frac{3}{r_{CSH}} \eta_{BD}^2 (2\eta_{BD} - 1) f_{BD} \langle \llbracket \xi_t \rrbracket_{BD}^2 \rangle_{\mathcal{I}^s} = -\frac{\partial 1/k_{p\hat{a}te}}{\partial K_t} \Sigma_m^2 - \frac{\partial 1/\mu_{p\hat{a}te}}{\partial K_t} \Sigma_d^2 \quad (4.27)$$

où  $f_{BD} = m_{bd} f_{CSH}$  est la fraction volumique de la phase CSH BD et vaut 0,378 ici. Pour rappel,  $\eta_{BD}$  est la compacité de la phase CSH BD et a été prise égale à 0,64. Devant la complexité du schéma utilisé, on utilisera ici une procédure semi-analytique, en considérant les particules de CSH, les inclusions CSH HD, la portlandite et les sulfoaluminates comme des phases rigides. Cela est licite étant donné que l'élasticité de ces phases reste finie alors que la raideur d'interface tangentielle  $K_t$  est vouée à tendre vers 0.

Les modules homogénéisés d'un milieu polycristallin constitué de sphères rigides à interfaces imparfaites de rayon  $r_0$  (dont la raideur normale  $K_n$  est infinie) et de pores sphériques sont :

$$\begin{cases} k_{AC}^{rig} &= \frac{2(1-2\varphi)(1-\varphi)}{3-\varphi(3\varphi-1)} r_0 K_t \\ \mu_{AC}^{rig} &= \frac{1(1-2\varphi)}{2(3\varphi-1)} r_0 K_t \end{cases} \quad (4.28)$$

où  $\varphi$  est la porosité. Ces expressions ne sont valables que pour une porosité  $\varphi > 1/3$  (et inférieure à  $1/2$ , seuil de percolation pour le schéma AC avec sphères). Pour une porosité inférieure, étant donné les modules considérés, ces modules sont infinis. Or ici la porosité de la phase CSH BD est de  $1 - \eta_{BD} = 0,36$  ; les modules sont bien ceux présentés et correspondent au niveau 1 du modèle. On remarque qu'ils sont proportionnels au module  $K_t$ . Aux niveaux 2 et 3, on a besoin de l'expression des modules homogénéisés du schéma de Mori-Tanaka d'un milieu constitué de pores, d'inclusions sphériques rigides et d'une matrice. Les modules sont les suivants :

$$\begin{cases} k_{MT}^{rig} &= \frac{4(3f_m k_m + f_s(3k_m + 4\mu_m))}{3(3f_m \mu_m + \varphi(3k_m + 4\mu_m))} \mu_m \\ \mu_{MT}^{rig} &= \frac{1(6f_m(k_m + 2\mu_m) + 5f_s(3k_m + 4\mu_m))(9k_m + 8\mu_m)}{6(k_m + 2\mu_m)(f_m(9k_m + 8\mu_m) + 5\varphi(3k_m + 4\mu_m))} \mu_m \end{cases} \quad (4.29)$$

où  $k_m$  et  $\mu_m$  sont les modules de la matrice,  $f_m$  sa fraction volumique,  $f_s$  celle des inclusions rigides et  $\varphi$  la porosité. On remarque ici que si  $k_m$  et  $\mu_m$  sont proportionnels à  $K_t$  alors les modules homogénéisés sont proportionnels à  $K_t$ . On utilise ces expressions au modèle considéré en adoptant une approche semi-analytique où la seule inconnue est le module  $K_t$ . On obtient alors une expression semi-analytique des modules homogénéisés  $k_{p\hat{a}te} = r_{CSH} K_t / a_1$  et  $\mu_{p\hat{a}te} = r_{CSH} K_t / a_2$  et on peut donc injecter ces expressions dans l'équation 4.27. On obtient :

$$3\eta_{BD}^2 (2\eta_{BD} - 1) f_{BD} K_t^2 \langle \llbracket \xi_t \rrbracket_{BD}^2 \rangle_{\mathcal{I}^s} = a_1 \Sigma_m^2 + a_2 \Sigma_d^2 \quad (4.30)$$

Il faut alors se donner un critère de résistance pour l'interface. Nous considérerons ici deux critères :

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

- un **critère de Tresca** : le critère porte sur la composante tangentielle du vecteur contrainte à l'interface  $|T_t| \leq k$ .
- un **critère de Mohr-Coulomb** : le critère porte sur une combinaison linéaire des composantes normales et tangentielles à l'interface  $|T_t| + t(T_n - h) \leq 0$ .  $t$  est un facteur de frottement et  $t.h$  la cohésion de l'interface.

#### Critère de Tresca pour les interfaces

Comme ce qui a été fait pour le mortier, on se donne un comportement fictif saturant le critère à grandes déformations et un saut de déplacement tangentiel effectif  $[\xi_t]^{eff}$  homogène. La relation  $T_t = K_t([\xi_t])[\xi_t]$  deviendra  $T_t = K_t([\xi_t]^{eff})[\xi_t]^{eff}$ . Le comportement fictif sera alors :

$$K_t(|[\xi_t]^{eff}|) \sim \frac{k}{|[\xi_t]^{eff}|} \quad (4.31)$$

Le saut de déplacement effectif  $|[\xi_t]^{eff}|$  sera pris égal à la racine carrée de la moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface dont l'expression en fonction de la contrainte macroscopique est donnée par 4.30. On peut donc réécrire cette expression en utilisant  $K_t(|[\xi_t]^{eff}|) |[\xi_t]^{eff}| = k$  :

$$3\eta_{BD}^2(2\eta_{BD} - 1)f_{BD}k^2 = a_1\Sigma_m^2 + a_2\Sigma_d^2 \quad (4.32)$$

On peut alors tracer l'enveloppe du domaine de résistance macroscopique correspondant. On prendra ici  $k = k_t = 86 \text{ MPa}$ . On peut observer l'évolution de cette enveloppe en fonction des valeurs de  $k$  considérées (voir figure 4.6). On s'aperçoit que ce mécanisme microscopique ne permet pas de rendre compte du domaine de résistance macroscopique. Une valeur  $k = 71,7 \text{ MPa}$  correspond au point en compression simple, une valeur  $k = 8,6 \text{ MPa}$  au point en traction simple.

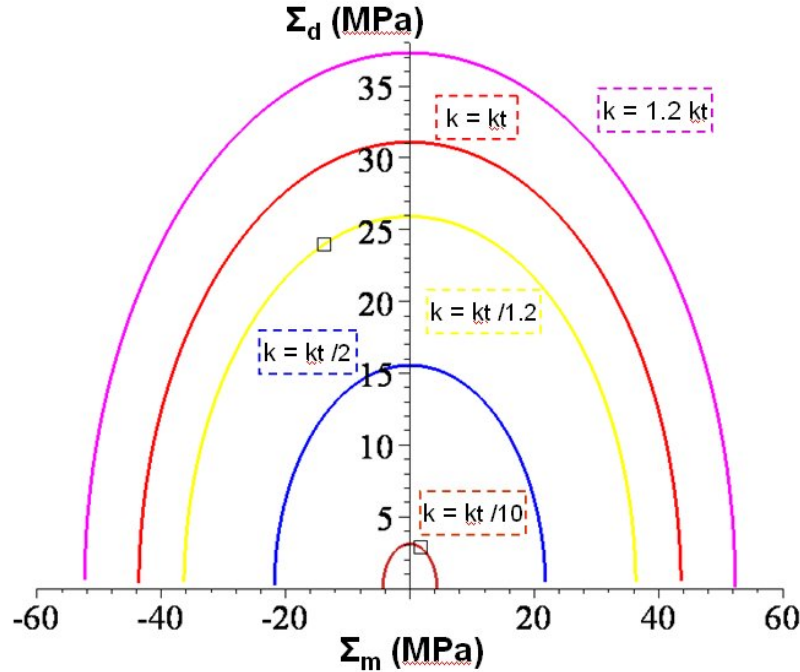


FIGURE 4.6 – Résistance macroscopique estimée pour différentes valeurs du coefficient  $k$  ( $k_t = 86 \text{ MPa}$  ici). Les symboles carrés correspondent aux résultats expérimentaux sur pâte de ciment.



### Critère de Mohr-Coulomb pour les interfaces

On teste ici un critère microscopique de Mohr-Coulomb pour l'interface. Le comportement fictif pris en compte sera :

$$K_t(\llbracket \xi_n \rrbracket^{eff}, | \llbracket \xi_t \rrbracket^{eff} |) \underset{| \llbracket \xi_t \rrbracket^{eff} | \text{ grand}}{\sim} \frac{-t(K_n \llbracket \xi_n \rrbracket^{eff} - h)}{| \llbracket \xi_t \rrbracket^{eff} |} \quad (4.33)$$

Le saut de déplacement tangentiel effectif sera de nouveau pris égal à la racine carrée de la moyenne quadratique du saut de déplacement tangentiel à l'interface. Le saut de déplacement normal effectif sera pris égal à  $\overline{T_n}/K_n$  où  $\overline{T_n}$  est la moyenne de la composante normale du vecteur contrainte à l'interface. L'expression de cette moyenne est donc nécessaire. On peut écrire :

$$\overline{T_n} = \frac{\overline{\sigma_m^s}}{\alpha} = \frac{\overline{\sigma_m^s}}{(1 - \varphi)(1 - 2\varphi)} \quad (4.34)$$

où  $\overline{\sigma_m^s}$  est la moyenne de la contrainte sphérique dans les grains solides. En effet en dehors des surfaces d'interface de contact entre grains, le vecteur contrainte est nul. De plus la règle de moyenne des contraintes à l'échelle du polycristal CSH BD donne :

$$\overline{\sigma_m^s} = \frac{\Sigma_m^{BD}}{1 - \varphi} \quad (4.35)$$

où  $\Sigma_m^{BD}$  est la contrainte sphérique au sein de la phase CSH BD. On a donc :

$$\overline{T_n} = \frac{\Sigma_m^{BD}}{(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)} \quad (4.36)$$

Reste donc à relier la contrainte moyenne  $\Sigma_m^{BD}$  à la contrainte macroscopique à l'échelle de la pâte de ciment. Nous noterons  $\mathbb{C}_{pâte}$ ,  $\mathbb{C}_{gel}$  et  $\mathbb{C}_{BD}$  respectivement le tenseur de rigidité de la pâte de ciment, du gel CSH et de la phase CSH BD,  $\mathbb{A}_{pâte}^m$ ,  $\mathbb{A}_{gel}^m$  le tenseur de localisation des déformations de la matrice respectivement à l'échelle de la pâte et du gel CSH,  $\mathbb{B}_{pâte}^m$ ,  $\mathbb{B}_{gel}^m$  le tenseur de localisation des contraintes de la matrice respectivement à l'échelle de la pâte et du gel CSH,  $\mathbb{B}_{BD}^{int}$  le tenseur de localisation des contraintes dans les grains composites ( particule CSH - interface ) du schéma AC avec interfaces imparfaites de la phase CSH BD,  $\Sigma_{pâte}$ ,  $\Sigma_{gel}$  et  $\Sigma_{BD}$  la contrainte macroscopique s'appliquant respectivement à l'échelle de la pâte, du gel CSH et de la phase CSH BD. On peut écrire :

$$\begin{cases} \Sigma_{gel} &= \mathbb{B}_{pâte}^m : \Sigma_{pâte} \\ \Sigma_{BD} &= \mathbb{B}_{gel}^m : \Sigma_{gel} \\ \Sigma_m^{BD} &= \frac{1}{3} \text{Tr}(\mathbb{B}_{BD}^{int} : \Sigma_{BD}) \end{cases} \quad (4.37)$$

avec :

$$\begin{cases} \mathbb{B}_{pâte}^m &= \mathbb{C}_{gel} : \mathbb{A}_{pâte}^m : \mathbb{C}_{pâte}^{-1} \\ \mathbb{B}_{gel}^m &= \mathbb{C}_{BD} : \mathbb{A}_{gel}^m : \mathbb{C}_{gel}^{-1} \end{cases} \quad (4.38)$$

On peut ainsi relier  $\Sigma_m^{BD}$  à la contrainte macroscopique appliquée à la pâte :

$$\Sigma_m^{BD} = \frac{1}{3} \text{Tr} \left( \left( \mathbb{B}_{BD}^{int} : \mathbb{B}_{gel}^m : \mathbb{B}_{pâte}^m \right) : \Sigma_{pâte} \right) \quad (4.39)$$

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

Étant donnée la procédure semi-analytique considérée, on obtient un coefficient numérique  $a_{loc} = \Sigma_m / \Sigma_m^{BD}$ . Finalement on a :

$$\overline{T_n} = \frac{\Sigma_m}{a_{loc}(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)} \quad (4.40)$$

L'expression précédente dans 4.33 et 4.30 devient alors :

$$3\eta_{BD}^2(2\eta_{BD} - 1)f_{BD}t^2 \left( h - \frac{\Sigma_m}{a_{loc}(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)} \right)^2 = a_1 \Sigma_m^2 + a_2 \Sigma_d^2 \quad (4.41)$$

On peut dès lors tracer l'enveloppe du critère macroscopique exprimé par 4.41. Pour cela on prendra  $t = 1,55$  et  $h = 10 \text{ MPa}$ . Le résultat est donné sur la figure 4.7. On observe que ce

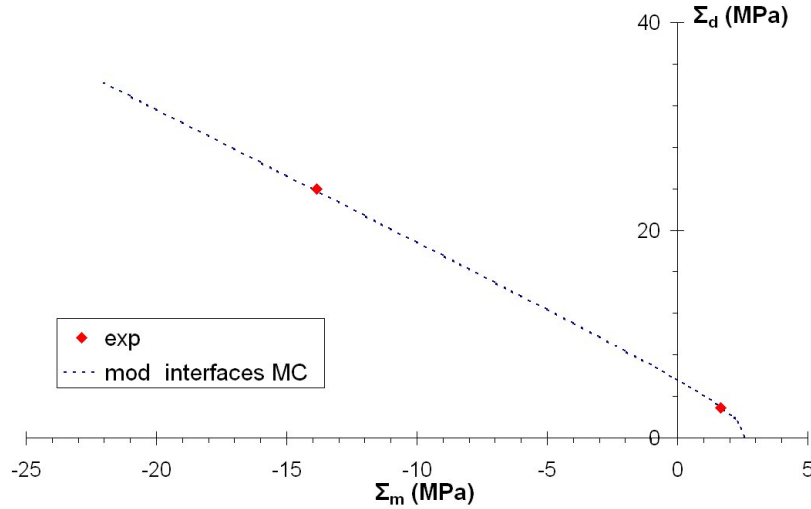


FIGURE 4.7 – Résistance macroscopique estimée pour des interfaces de type Mohr-Coulomb avec les coefficients  $t = 1,55$  et  $h = 10 \text{ MPa}$ .

mécanisme microscopique est plus adapté pour rendre compte du domaine de résistance de la pâte de ciment. Toutefois il conviendrait d'avoir des résultats de résistance sous confinement de la pâte de ciment pour conclure sur la validité de ce domaine. On peut déjà critiquer la résistance infinie en compression hydrostatique.

#### 4.3.2 Rupture mixte intra et inter-particulaire

On se propose ici d'étudier la résistance macroscopique de la pâte lorsque deux mécanismes de rupture microscopiques sont activés : une rupture à l'interface des particules ainsi qu'une rupture dans la particule même. Ainsi les critères porteront à la fois sur la composante tangentielle du saut de déplacement à l'interface et sur la déformation déviatorique des particules. Les deux modules  $K_t$  et  $\mu_s$  (où  $\mu_s$  est le module de cisaillement de la particule de CSH) sont voués à tendre asymptotiquement vers 0. Aussi on ne peut plus considérer les particules comme rigides (ce qui a été fait précédemment) ; on peut toutefois les supposer incompressibles, si bien que les modules homogénéisés sont maintenant  $k_{p\hat{a}te}(\mu_s, K_t)$  et  $\mu_{p\hat{a}te}(\mu_s, K_t)$ . Ces expressions sont alors nettement plus complexes et les calculs deviennent très lourds. Aussi nous simplifierons considérablement le modèle pour donner un éclairage qualitatif du domaine de résistance engendré par l'activation jointe de ces deux mécanismes. En effet la microstructure de la pâte de ciment se résumera ici à un assemblage polycristallin de sphères solides incompressibles ( $k_s \rightarrow \infty$ ) de rayon  $R$  entourées d'une interface (de raideur normale infinie  $K_n \rightarrow \infty$ ) et de pores sphériques, avec une porosité correspondant à la porosité de la pâte de ciment  $\varphi \simeq 0,4$ . On se ramène ainsi au modèle utilisé

par [49] et on assimile la pâte de ciment à un milieu granulaire cohésif. Le schéma employé reste le schéma auto-cohérent. Par ailleurs, on introduit le coefficient  $\kappa = RK_t/\mu_s$ . Ici, les deux modules d'élasticité tendant vers 0,  $\kappa$  est indéterminé. Sous ces hypothèses, on peut écrire les modules homogénéisés comme suite :

$$\begin{cases} \mu_\kappa^{ac} &= \mathcal{A}(\kappa, \varphi) \mu_s \\ k_\kappa^{ac} &= \frac{4}{3} \frac{1-\varphi}{\varphi} \mu_{ac} = \frac{4}{3} \frac{1-\varphi}{\varphi} \mathcal{A}_\kappa(\kappa, \varphi) \mu_s \end{cases} \quad (4.42)$$

Nous allons nous intéresser à l'activation des deux mécanismes de rupture. Aussi la limite  $\kappa \rightarrow 0$  correspond au mécanisme de rupture dans l'interface ( $K_t \ll \mu_s$  : cas du solide rigide) alors que la limite  $\kappa \rightarrow \infty$  ( $K_t \gg \mu_s$  : cas de l'interface parfaite) correspond à la rupture dans la matrice. On retrouve dans ce dernier cas le résultat d'un milieu polycristallin constitué de sphères solides incompressibles et d'interfaces parfaites :

$$\lim_{\kappa \rightarrow +\infty} \mathcal{A}_\kappa = 3 \frac{1-2\varphi}{3-\varphi} \quad (4.43)$$

Le cas  $\kappa \rightarrow 0$  correspond à la situation d'interfaces lisses. La valeur de  $\mathcal{A}_\kappa$  dépend alors de la valeur de la porosité :

$$\begin{cases} \text{si } \varphi < \frac{1}{3} & : \lim_{\kappa \rightarrow 0} \mathcal{A}_\kappa = \frac{57}{40} \frac{1-3\varphi}{3-\varphi} \\ \text{si } \varphi > \frac{1}{3} & : \mathcal{A}_\kappa = \frac{1}{2} \frac{1-2\varphi}{3-\varphi} \kappa + \mathcal{O}(\kappa^2) \end{cases} \quad (4.44)$$

On va injecter les expressions 4.42 dans les équations fournissant la moyenne quadratique de la déformation déviatorique équivalente 4.10 (en remplaçant la fraction volumique d'inclusion par la porosité) et la moyenne quadratique de la composante tangentielle du saut de déplacement à l'interface 4.13. L'équation 4.10 devient :

$$4(1-\varphi) \langle \epsilon_d^2 \rangle_s = - \frac{\partial 1/k_\kappa^{ac}}{\partial \mu_s} \Sigma_m^2 - \frac{\partial 1/\mu_\kappa^{ac}}{\partial \mu_s} \Sigma_d^2 \quad (4.45)$$

avec :

$$- \frac{\partial 1/k_\kappa^{ac}}{\partial \mu_s} = \frac{3}{4} \frac{\varphi}{1-\varphi} \left( \frac{\partial \mathcal{A}_\kappa}{\partial \mu_s} \mu_s + \mathcal{A}_\kappa \right) \frac{1}{\mathcal{A}_\kappa^2 \mu_s^2} \quad (4.46)$$

De plus :

$$\frac{\partial \mathcal{A}_\kappa}{\partial \mu_s} = \frac{\partial \mathcal{A}_\kappa}{\partial \kappa} \frac{\partial \kappa}{\partial \mu_s} = \mathcal{A}'_\kappa \left( -\frac{\kappa}{\mu_s} \right) \quad (4.47)$$

On a donc :

$$- \frac{\partial 1/k_\kappa^{ac}}{\partial \mu_s} = \frac{3}{4} \frac{\varphi}{1-\varphi} \frac{\mathcal{A} - \kappa \mathcal{A}'_\kappa}{\mathcal{A}_\kappa^2 \mu_s^2} = \frac{1}{\mu_s^2} \frac{3}{4} \frac{\varphi}{1-\varphi} \mathcal{A}_\kappa \quad (4.48)$$

avec :

$$\mathcal{A}_\kappa = \frac{\mathcal{A} - \kappa \mathcal{A}'_\kappa}{\mathcal{A}_\kappa^2} \quad (4.49)$$

De même, on montre :

$$- \frac{\partial 1/\mu_\kappa^{ac}}{\partial \mu_s} = \frac{1}{\mu_s^2} \frac{3}{4} \mathcal{A}_\kappa \quad (4.50)$$

Finalement :

$$(1-\varphi) \left( 2\mu_s \epsilon_d^{eff} \right)^2 = \mathcal{A}_\kappa \left( \frac{3}{4} \frac{\varphi}{1-\varphi} \Sigma_m^2 + \Sigma_d^2 \right) = \mathcal{A}_\kappa \Sigma_{eq}^2 \quad (4.51)$$

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

où  $\epsilon_d^{eff} = \sqrt{\langle \epsilon_d^2 \rangle_s}$  est la déformation déviatorique effective considérée,  $\Sigma_{eq}$  une contrainte macroscopique équivalente.

On peut appliquer la même démarche pour l'équation 4.13 qui devient :

$$3(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi) \left( K_t \llbracket \xi_t \rrbracket^{eff} \right)^2 = B_\kappa \Sigma_{eq}^2 \quad (4.52)$$

avec :

$$B_\kappa = \frac{\kappa^2 \mathcal{A}'_\kappa}{\mathcal{A}_\kappa^2} \quad (4.53)$$

On a choisi ici de nouveau comme saut déplacement tangentiel effectif  $\llbracket \xi_t \rrbracket^{eff} = \sqrt{\langle \llbracket \xi_t \rrbracket^2 \rangle}$ .

Tout comme [49] on considèrera ici une rupture ductile du solide selon le critère de Von-Mises ainsi qu'une rupture ductile aux interfaces selon le critère de Mohr-Coulomb (où l'on prendra en compte, contrairement à [49], une cohésion non nulle à l'interface).

#### Rupture dans le solide

On suppose ici que la résistance de la particule de CSH suit un critère de Von-Mises  $f_{(\sigma)} = \sigma_d - k < 0$ . On utilise de nouveau la relation 4.15 lorsque la déformation déviatorique effective devient grande, et l'équation 4.51 devient :

$$\frac{3}{4} \frac{\varphi}{1 - \varphi} \Sigma_m^2 + \Sigma_d^2 = (1 - \varphi) \frac{k^2}{A_\kappa} \quad (4.54)$$

#### Rupture dans l'interface

On suppose ici que la résistance de l'interface suit un critère de Mohr-Coulomb  $|T_t| + t(T_n - h) \leq 0$ . Le comportement fictif considéré sera le même que 4.33. On peut ici aussi relier la moyenne de la composante normale du vecteur contrainte à l'interface en fonction de la contrainte macroscopique sphérique :

$$\overline{T_n} = \frac{\Sigma_m}{(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)} \quad (4.55)$$

On aura donc :

$$\frac{3}{4} \frac{\varphi}{1 - \varphi} \Sigma_m^2 + \Sigma_d^2 = \frac{3}{B_\kappa} (1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)t^2 \left( h - \frac{\Sigma_m}{(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)} \right) \quad (4.56)$$

[49] a montré que dans le cas d'interfaces sans cohésion ( $h = 0$ ) le critère macroscopique dû à une rupture dans l'interface dépend de la porosité et de la valeur du coefficient de friction  $t$ . Pour une porosité  $\varphi < 1/3$  le critère macroscopique correspond au demi-plan  $\Sigma_m \leq 0$ . Dans le cas  $\varphi \geq 1/3$ , la forme du critère macroscopique dépend de la valeur de  $t$ . En dessous d'une valeur critique  $t_1^{cr}$ , il n'y a pas de résistance macroscopique, au dessus le critère est un critère de Drucker-Prager. Ici la prise en compte d'une cohésion non nulle complique la discussion et la forme du critère macroscopique ne correspond pas à un critère simple. On peut juste signaler que dans le cas où seul le mécanisme de rupture dans l'interface est activé,  $\kappa \rightarrow 0$ , et pour une porosité  $\varphi \leq 1/3$ ,  $B_\kappa \rightarrow 0$  et le critère macroscopique est alors le demi-plan  $\Sigma_m < h(1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi)$ . Dans le cas  $\varphi \geq 1/3$  et  $\kappa \rightarrow 0$ ,  $B_\kappa \rightarrow 2(3\varphi - 1)/(1 - 2\varphi)$  et on peut injecter cette expression dans 4.56. Ici nous sommes dans la situation où  $\varphi \geq 1/3$ .

### Rupture mixte

On peut considérer que la rupture macroscopique est due à l'un des deux mécanismes présentés plus haut. On a notamment vu sur la figure 4.7 qu'un critère de Mohr-Coulomb pour les interfaces des CSH BD permettait de retrouver les résultats expérimentaux connus. Néanmoins on sent bien que la résistance en compression hydrostatique est finie, et ce mécanisme seul ne peut donc pas expliquer la résistance macroscopique. On va donc s'intéresser ici à un domaine de résistance macroscopique engendré par l'activation simultanée des deux mécanismes de rupture microscopiques. On prendra comme coefficients  $t = 0,33$  et  $h = 53 \text{ MPa}$ . Compte tenu du jeu de paramètres  $t$  et  $h$  et comme la porosité est supérieure à  $1/3$ , les deux équations 4.54 et 4.56 permettent d'obtenir une paramétrisation du domaine de résistance par le paramètre  $\kappa$  :

$$\begin{cases} \Sigma_m &= (1 - \varphi)^2(1 - 2\varphi) \left( h - \frac{k}{t} \sqrt{\frac{B_\kappa}{3(1 - \varphi)(1 - 2\varphi)A_\kappa}} \right) \\ \Sigma_d &= \sqrt{k^2 \frac{1 - \varphi}{A_\kappa} - \frac{3\varphi}{4(1 - \varphi)} \Sigma_m^2} \end{cases} \quad (4.57)$$

Les résultats obtenus pour différentes valeurs du coefficient  $k$  sont représentés sur les figures 4.8 et 4.9. On observe que pour les faibles valeurs de la contrainte macroscopique sphérique, la rupture a lieu dans l'interface (entre les points P0 et P1). Si  $\Sigma_m$  diminue, on active alors simultanément les deux mécanismes de rupture microscopiques (entre P1 et P2). Si  $\Sigma_m$  diminue encore, la rupture a lieu dans le solide (entre P2 et P3). On peut interpréter ces résultats vis à vis de l'essai de résistance sous contrainte hydrostatique présenté plus haut. Aux faibles confinements, la rupture macroscopique serait due à la rupture dans les interfaces. En augmentant le confinement, on active alors les deux mécanismes microscopiques. Si le confinement est encore plus fort, on protège les interfaces et la rupture est reportée dans le solide.

Si l'on interprète les résultats dans le cadre de la résistance de la pâte de ciment, on ne dispose ici que de la résistance en compression simple. On peut alors se poser la question des mécanismes activés dans cet essai. La rupture en compression simple est-elle due à une rupture dans les interfaces, dans le solide ou dans les deux ? Cela dépend des paramètres  $k$ ,  $t$  et  $h$ . On peut en effet suivant les valeurs considérées imputer la rupture en compression simple aux trois situations (voir les figures 4.8 et 4.10). Pour trancher il serait donc intéressant d'avoir des résultats de résistance sous confinement. [49] propose également une approche intermédiaire entre la prise en compte d'un mécanisme microscopique seul et l'activation simultanée des deux mécanismes : elle consiste à considérer un mécanisme de rupture dans l'interface par exemple, en considérant que ce mécanisme est activé à partir d'une valeur finie initiale  $\kappa_0$  du coefficient  $\kappa$ . On prend en compte ainsi un affaiblissement du solide avant la rupture des interfaces, sans toutefois atteindre la rupture dans le solide. Cette approche serait ainsi une autre possibilité d'explication de résultats expérimentaux de résistance sous confinement sur pâte.

### Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats expérimentaux obtenus sur la résistance des pâtes de ciment sèches. On a mis en évidence un effet de taille sur les résultats en compression simple. Cela a été imputé à un effet d'échelle du séchage sur les échantillons de pâte de ciment. Par la suite, nous avons présenté l'utilisation de la méthode sécante modifiée pour l'estimation de la résistance macroscopique liée à différents mécanismes de rupture microscopiques. Ainsi à l'échelle du mortier, un critère de Drucker-Prager pour la matrice a permis de retrouver les résultats expérimentaux de [30]. Toutefois cette modélisation présente des limites (résistance

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

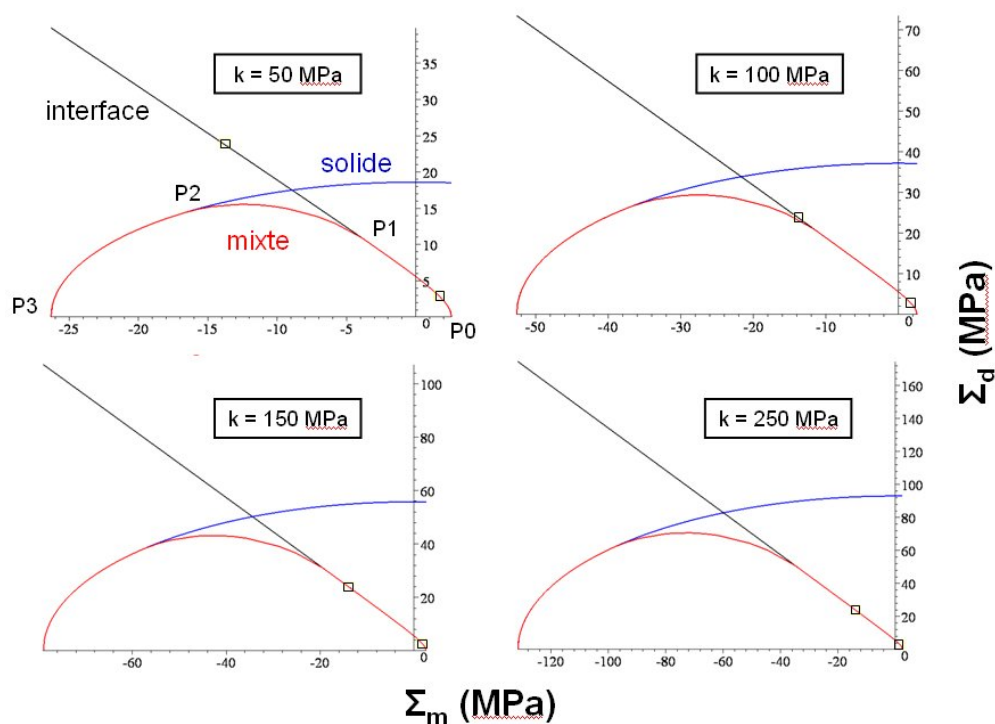


FIGURE 4.8 – En rouge, domaine de résistance macroscopique obtenu en considérant une activation simultanée des deux mécanismes microscopiques pour différents valeurs du coefficient  $k$ . En bleu et noir respectivement, le domaine de résistance obtenu par l'activation unique de la rupture dans le solide et dans l'interface. Les carrés correspondent aux points expérimentaux connus.

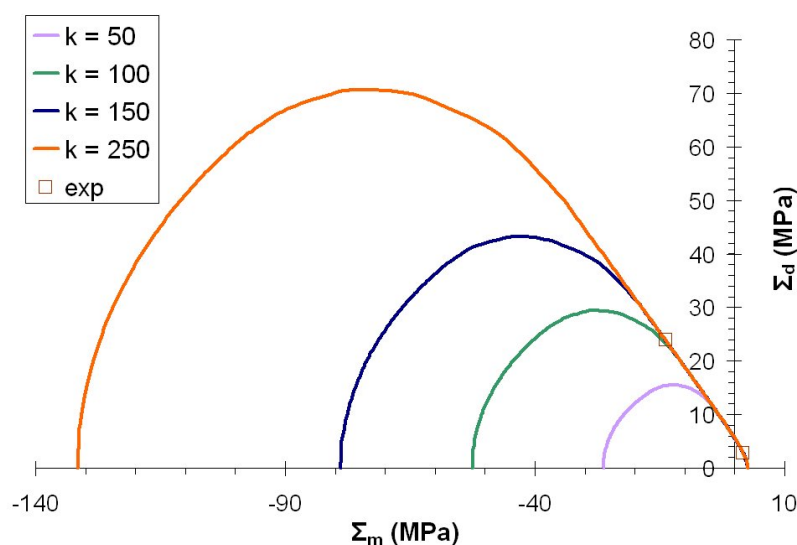


FIGURE 4.9 – Domaines de résistance macroscopique obtenus en considérant la possibilité d'une activation simultanée des deux mécanismes microscopiques pour différentes valeurs du coefficient  $k$ . Les carrés correspondent aux points expérimentaux connus.

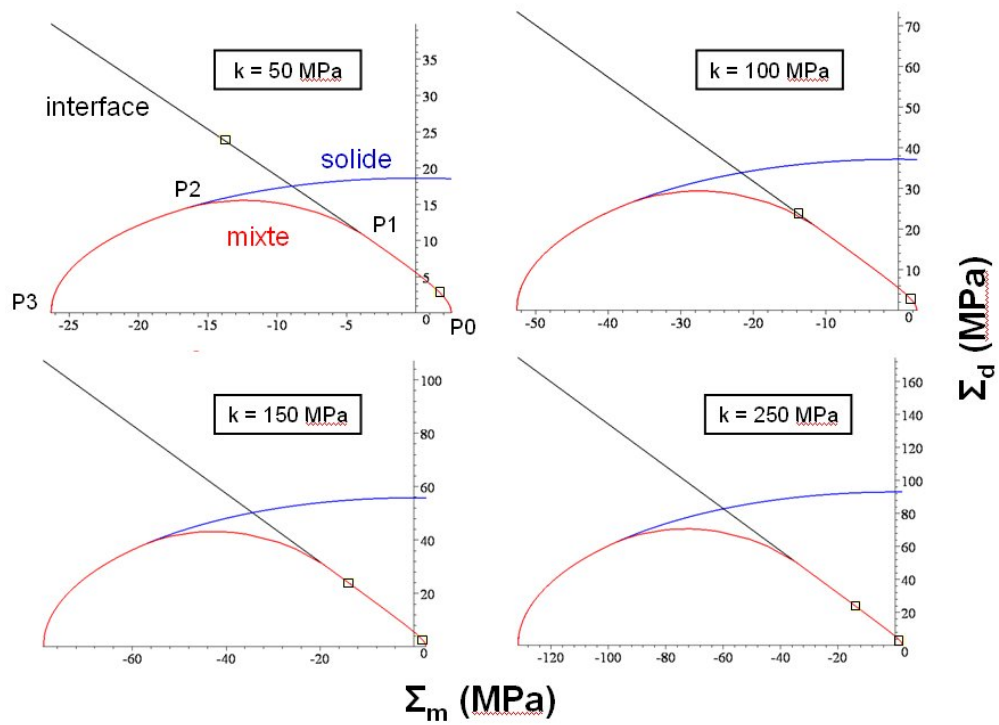


FIGURE 4.10 – Domaines de résistance macroscopique obtenus pour deux jeux de paramètres différents. A gauche, la rupture en compression simple est due à la rupture dans le solide. A droite, la rupture en compression simple est due à la rupture simultanée dans le solide et dans les interfaces. Les carrés correspondent aux résultats expérimentaux disponibles.

### 4.3 Estimation de la résistance de la pâte de ciment

---

en traction simple, résistance infinie en compression hydrostatique) et le critère de la pâte de ciment semble plus complexe. Aussi nous nous sommes intéressés à l'estimation du domaine de résistance de la pâte de ciment en considérant un mécanisme de rupture lié aux interfaces des particules CSH de la phase CSH BD. Pour finir, nous avons présenté un modèle simplifié de milieu granulaire cohésif où l'on a vu l'effet de la prise en compte d'une rupture simultanée dans le solide et dans les interfaces. Au vu des modèles proposés, des résultats expérimentaux de résistance sous confinement d'échantillons de pâte de ciment semblent cruciaux afin de conclure sur les mécanismes de rupture microscopiques mis en jeu. Par ailleurs, cela pourrait permettre pour la pâte de ciment séchée d'observer la signature d'un milieu granulaire cohésif, morphologie proposée pour le gel CSH (voir la partie 3.1.2).





## Chapitre 5

# Propriétés de transport des matériaux cimentaires secs

*Ce chapitre présente les techniques expérimentales utilisées pour la mesure des propriétés de transport. Nous aborderons en effet différentes mesures de la porosité (à l'eau, l'éthanol ou au gaz) ainsi que le principe de mesure de perméabilité au gaz. Par ailleurs, nous présenterons des modèles micromécaniques permettant d'estimer la perméabilité des matériaux cimentaires secs.*

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Mesure expérimentale et estimation des propriétés de transport . .</b>	<b>126</b>
5.1.1	Techniques expérimentales de mesure de la porosité . . . . .	126
5.1.2	Notion de perméabilité : loi de Darcy . . . . .	132
5.1.3	Techniques expérimentales de mesure de la perméabilité . . . . .	133
5.1.4	Estimation micromécanique de la perméabilité . . . . .	134
<b>5.2</b>	<b>Propriétés de transport de la pâte de ciment . . . . .</b>	<b>136</b>
5.2.1	Résultats expérimentaux sur pâte . . . . .	136
5.2.2	Estimation micromécanique de la perméabilité de la pâte . . . . .	137
5.2.3	Influence de la morphologie . . . . .	141
<b>5.3</b>	<b>Propriétés de transport du mortier . . . . .</b>	<b>143</b>
5.3.1	Résultats expérimentaux sur mortier . . . . .	143
5.3.2	Estimation micromécanique de la perméabilité . . . . .	144

---

Les propriétés de transport (porosité, perméabilité) des matériaux sont des propriétés fondamentales pour la durabilité des structures qu'ils composent. En effet, elles conditionnent la protection d'un matériau vis à vis d'agents extérieurs agressifs (attaques sulfatiques, ...) ainsi que la protection d'un environnement vis à vis d'un contenu toxique (sites de stockages de déchets nucléaires, réacteur nucléaire, ...). Nous commençons ici par présenter les techniques expérimentales qui ont été utilisées pour mesurer porosité et perméabilité ainsi que le cadre théorique de l'homogénéisation des propriétés de transport.

## 5.1 Mesure expérimentale et estimation des propriétés de transport

### 5.1.1 Techniques expérimentales de mesure de la porosité

La porosité totale a été mesurée par 2 techniques :

- immersion sous vide et saturation par un fluide, ici de l'eau ou de l'éthanol.
- saturation par un gaz, l'argon, dans une cellule hydrostatique sous confinement.

Une technique couramment employée est la mesure par porosimétrie mercure, comme évoqué dans les précédents chapitres. Elle a l'avantage de donner une vision de la répartition dimensionnelle des pores. Néanmoins elle nécessite des pressions de mercure très importantes qui dénaturent l'espace poreux et faussent la mesure. Elle est donc intéressante comme moyen de comparaison entre différentes microstructures, mais pas comme cartographie absolue du réseau poreux. Nous ne l'avons pas utilisée ici.

#### Mesure par immersion sous vide et saturation

La première technique consiste à saturer des rondelles de 37 mm de diamètre et de hauteur 15 mm. Ces échantillons sont préalablement séchés à 60 °C jusqu'à stabilisation de leur masse ( $m_{sec}$ ). Ils sont ensuite immergés dans un fluide jusqu'à ce que la masse des échantillons saturés soit constante ( $m_{sat}$ ). Connaissant la masse volumique du fluide saturant  $\rho_f$ , on peut alors déterminer le volume poreux qui a été saturé et ainsi la porosité de l'échantillon (connaissant le volume apparent de l'échantillon sec  $V_0$ ) :

$$\varphi = \frac{m_{sat} - m_{sec}}{\rho_f V_0} \quad (5.1)$$

Les résultats obtenus sur deux échantillons d'e/c 0,3 et 0,5 pour chaque fluide (eau et éthanol) sont représentés sur la figure 5.1. Les masses volumiques d'éthanol et d'eau utilisées sont  $\rho_{éthanol} = 807 \text{ kg/m}^3$  et  $\rho_{eau} = 1000 \text{ kg/m}^3$  (on néglige une possible variation de cette masse volumique dans des pores de quelques nanomètres). On observe ainsi une différence importante entre les mesures réalisées à l'eau et à l'éthanol. On pourrait penser à une différence de taille des molécules ; or ces deux molécules ont des tailles similaires, à savoir des diamètres moléculaires de 0,343 nm pour l'eau et 0,469 nm pour l'éthanol [97] : les pores susceptibles d'être saturés sont donc sensiblement les mêmes. Cette différence pose question, on pourra peut être l'expliquer par la sensibilité du matériau cimentaire sec vis à vis de l'eau. Par la suite nous avons décidé d'utiliser la saturation à l'eau comme technique de mesure. Les résultats obtenus sont donc les suivants : On retiendra  $\varphi_{0,360} = 30,1 \%$  et  $\varphi_{0,560} = 39,0 \%$ . Par ailleurs, étant donné le caractère sensible du matériau cimentaire sec vis à vis de l'eau, il faut bien vérifier que la masse d'eau ayant envahi l'échantillon correspond à de l'eau saturant l'espace poreux (eau évaporable) et non pas de l'eau venant réhydrater le matériau et former de nouveaux hydrates. On vérifie ce point en s'intéressant à l'évolution de la masse de l'échantillon saturé après l'avoir séché de nouveau à

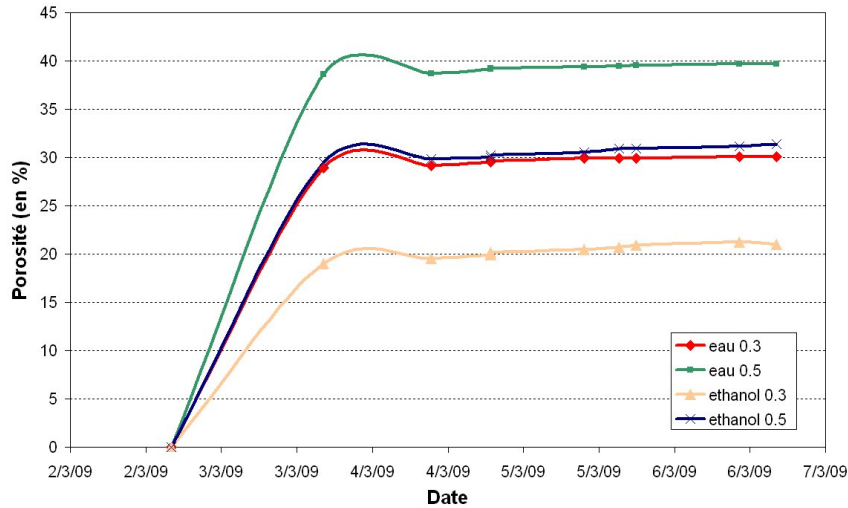


FIGURE 5.1 – Suivi temporel de la saturation en eau et en éthanol en terme de porosité pour deux rapports  $e/c$  de 0,3 et 0,5.

$N^{\circ}$ éch.	$e/c$	$\Phi$ (mm)	H (mm)	$\varphi$ (%)
1.16	0,3	37,0	14,9	30,1
1.17	0,3	37,1	14,9	30,3
1.18	0,3	37,0	15,0	29,8
2.16	0,5	37,1	14,9	39,7
2.17	0,5	37,1	13,4	38,9
2.18	0,5	37,3	15,0	38,3

FIGURE 5.2 – Résultats de mesure de porosité par saturation à l'eau sur des échantillons de pâte de ciment séchés à  $60^{\circ}C$  pour deux rapports  $e/c$  de 0,3 et 0,5 .

$60^{\circ}C$ . On observe que la prise de masse est bien réversible entre la saturation et la désaturation, et donc que la masse d'eau prise en compte dans la calcul de la porosité correspond bien à l'eau présente dans le réseau poreux (voir figure 5.3).

### Mesure par saturation au gaz sous confinement

Nous nous intéressons ici à la deuxième technique de mesure de porosité utilisée dans ce travail. Elle se base sur la loi des gaz parfaits pour mesurer la porosité à divers niveaux de confinement. Elle consiste en effet à mesurer le volume de pores  $V_p$  d'un échantillon sous une pression de confinement  $P_c$  en utilisant une cellule hydrostatique comme présentée sur la figure 2.4. Le schéma de principe de cet essai est représenté sur la figure 5.4. Le principe est le suivant. On part d'un état où la pression interstitielle de l'échantillon et celle du circuit de gaz sont égales à la pression atmosphérique  $P_0$ , tous robinets ouverts. On ferme alors les robinets 2 et 3 pour isoler l'échantillon du circuit d'injection de gaz. On injecte du gaz dans le circuit jusqu'à stabilisation à une certaine pression  $P_i$ . L'essai nécessite l'utilisation d'un volume tampon connu (sur la figure un réservoir de 0,4 L). On notera  $V_{tuyaux_{4-2}}$  le volume des tuyaux de raccord entre les robinets 4 et 2. C'est ce volume tampon qui sera utilisé comme volume de gaz alimentant le réseau poreux. On ferme donc le robinet 4 pour isoler entre les robinets 4 et 3 le volume tampon et l'échantillon. On ouvre ensuite le robinet 2 pour permettre au gaz d'envahir le réseau poreux, jusqu'à stabilisation de la pression à une nouvelle valeur  $P_f$ . L'utilisation de la loi des gaz parfaits en conditions isothermes ( $PV = cte$ ) permet alors de calculer le volume de vides

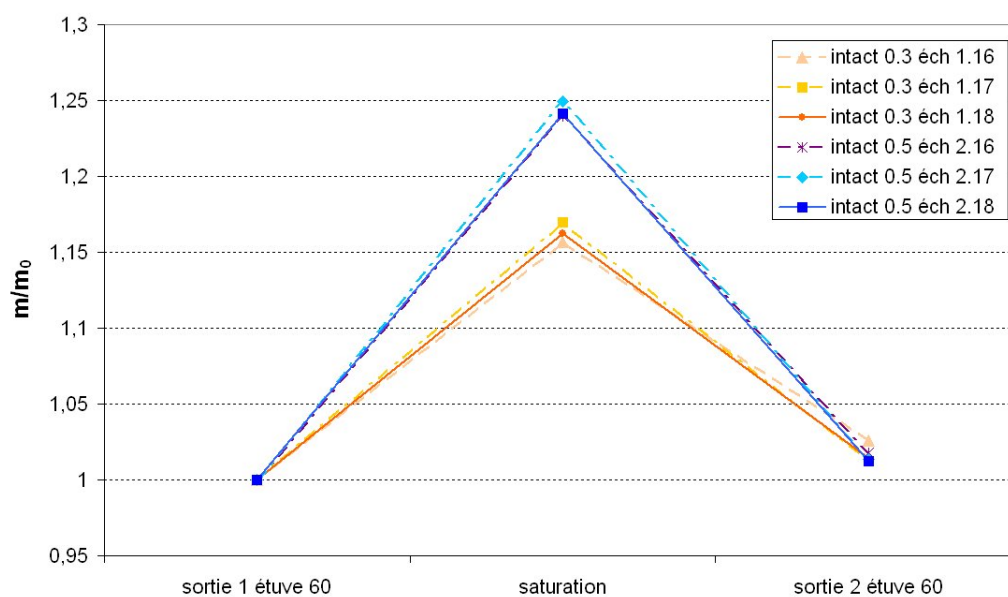


FIGURE 5.3 – Évolution du rapport  $m/m_0$  pour différents échantillons de pâte de ciment. La masse  $m_0$  est la masse sèche de l'échantillon avant saturation à l'eau.

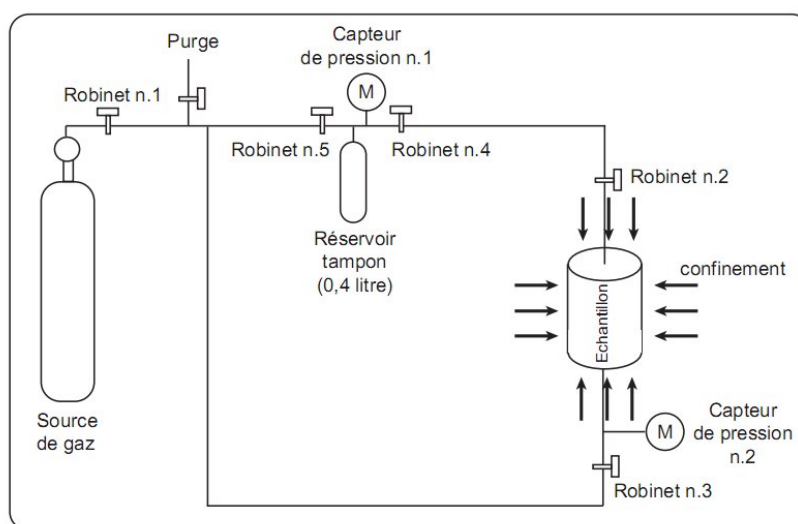


FIGURE 5.4 – Schéma de principe du montage utilisé pour la mesure de volume poreux sous confinement [30].

## 5.1 Mesure expérimentale et estimation des propriétés de transport

entre les robinets 2 et 3, noté  $V_{v2-3}$ . En les plaçant au plus près de l'échantillon, et en estimant le volume des raccords utilisés pour le montage  $V_{mor2-3}$ , on a donc accès au volume poreux connecté de l'échantillon  $V_p$ . On notera  $V_{mor}$  le volume total *mort*, somme de  $V_{tuyaux4-2}$  et  $V_{mor2-3}$ . On écrit :

$$PV = \text{cte} = P_i V_{tuyaux4-2} = P_f (V_{tuyaux4-2} + V_{v2-3}) = P_f (V_{mor} + V_p) \quad (5.2)$$

soit :

$$V_p = \frac{P_i}{P_f} V_{tuyaux4-2} - V_{mor} = V_{tuyaux4-2} \left( \frac{P_i}{P_f} - 1 \right) - V_{mor2-3} \quad (5.3)$$

L'essai est réalisé dans une salle climatisée à  $22^\circ\text{C}$ , dont les fluctuations de température sont suffisamment basses pour négliger leur effet sur la mesure et pouvoir ainsi valider l'hypothèse isotherme. Le gaz utilisé est de l'argon, gaz inerte vis à vis du matériau et dont les molécules ont une taille de l'ordre de 0,2 nm.

Il faut donc dans un premier temps estimer le volume des tuyaux de raccordement pour avoir une valeur au plus juste du volume  $V_{mor}$ . On connaît pour cela le volume du réservoir tampon. On utilise de nouveau la loi des gaz parfaits pour mesurer le volume de la tuyauterie entre les robinets 4 et 2. Pour cela, on remplit le volume du réservoir  $V_{réservoir}$  situé entre les robinets 4 et 5 à une pression  $P_1$ . On ferme alors ces deux robinets. On purge le réseau qui se retrouve à pression atmosphérique. On ferme le robinet 2 puis on ouvre le robinet 4. Le gaz du réservoir envahit le circuit et la pression se stabilise à une valeur  $P_2$ , dans un volume  $V_{mor5-2} = V_{réservoir} + V_{tuyaux4-2}$ . La connaissance de  $V_{réservoir}$  permet de calculer  $V_{tuyaux4-2}$ . Pour  $V_{mor2-3}$ , on place les robinets au plus près de la cellule pour minimiser ce volume et on utilise le résultat précédent  $V_{tuyaux4-2}$  pour l'estimer.

Les échantillons testés ici sont les suivants :

N° éch.	$e/c$	$\Phi$ (mm)	H (mm)
1.11	0,3	36,9	59,4
2.11	0,5	36,9	69,4
2.12	0,5	36,9	70,3

FIGURE 5.5 – Échantillons de pâte de ciment séchés à  $60^\circ\text{C}$  utilisés pour la mesure du volume poreux sous confinement .

Pour des questions pratiques, les échantillons 1.11 et 2.11 ont été testés avec un volume mort de 4 cl ( $V_{tuyaux4-2} + V_{v2-3}$ ), un manomètre au niveau du robinet 3 d'une capacité de 0,4 MPa et donc une pression interstitielle de gaz de l'ordre de 0,3 MPa avec une pression maximale de confinement de 20 ou 30 MPa. L'échantillon 2.12 a lui été testé avec un volume mort de 44 cl (on a utilisé ici en plus le réservoir tampon de 40 cl), un manomètre d'une capacité de 2,5 MPa et ainsi une pression interstitielle de l'ordre de 2 MPa avec une pression maximale de confinement de 37 MPa. Par ailleurs nous avons placé deux jauges de déformation longitudinales sur chacun des échantillons afin de mesurer leur déformation. On observe sur la figure 5.6 que l'on retrouve l'ordre de grandeur obtenu par la technique précédente de saturation sous vide ( $\varphi_{0,560} = 39,0\%$ ). On remarque aussi que la porosité diminue lorsque la pression de confinement augmente. On peut interpréter ce résultats en poro-mécanique. En effet, la théorie des milieux poreux donne l'évolution de la porosité en fonction des paramètres de chargement déformation volumique et pression de pore (voir la relation 1.9 de la partie 1.2.1). Ici on peut relier la déformation volumique de l'échantillon à la pression de confinement par  $E_v = P_c/K_b$ , et ainsi on a :

$$\varphi - \varphi_0 = -\frac{b \cdot P_c}{K_b} \quad (5.4)$$

On peut alors comparer l'évolution du volume de pores pour l'échantillon 2.11 à l'évolution théorique entre les états de confinement de 0,6 et 20 MPa . On a obtenu une diminution du

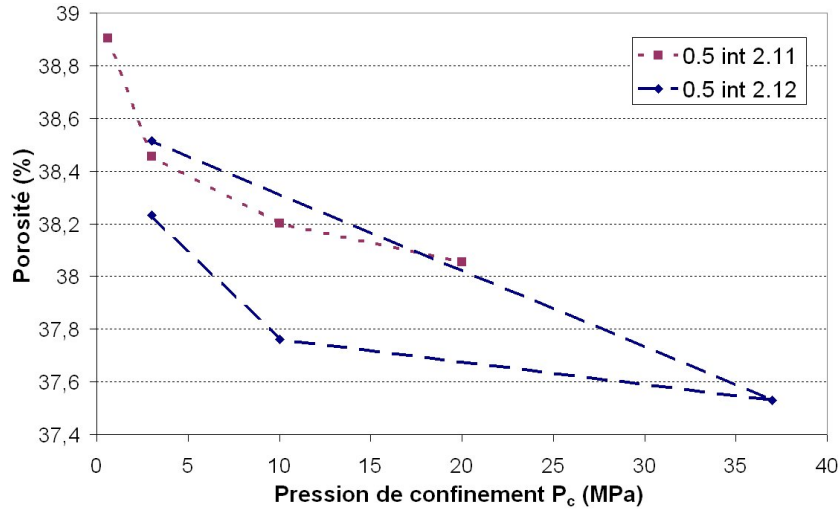


FIGURE 5.6 – Variation du volume poreux mesuré en fonction de la pression de confinement pour les 2 échantillons d'e/c 0,5.

volume poreux de  $630 \text{ mm}^3$  alors que la théorie avec les paramètres poro-élastiques obtenus précédemment prévoit une diminution de  $142 \text{ mm}^3$ . La différence constatée peut s'expliquer par la fermeture de microfissures dues au séchage lors de l'application d'une pression de confinement suffisamment grande. Ainsi au début du chargement en confinement on observe sur la figure 5.7 une non linéarité importante de la déformation volumique qui peut s'interpréter par de la fermeture de fissures.

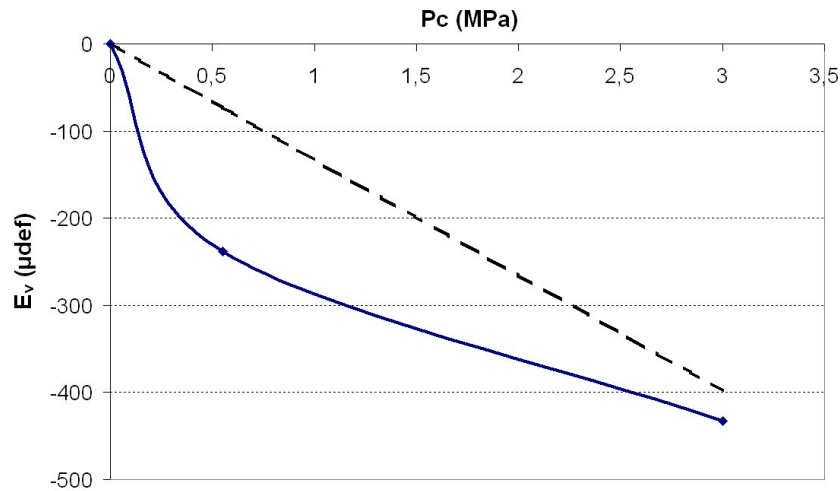


FIGURE 5.7 – Non-linéarité de la déformation volumique de l'échantillon 2.11 au début du chargement en confinement. En pointillé, la courbe linéaire  $E_v = P_c / K_{b60}$ .

On peut ainsi mettre en lumière la variation de porosité sous confinement en observant en même temps la déformation volumique des échantillons. On remarque que les deux grandeurs suivent les mêmes tendances, et qu'une non linéarité peut s'observer simultanément sur la mesure de porosité et sur la déformation volumique.

Les résultats pour l'échantillon e/c 0,3 sont similaires (voir figure 5.9). L'ordre de grandeur de la porosité est ici satisfaisant et à comparer à la valeur obtenue précédemment  $\varphi_{0,360} = 30,1 \%$ .

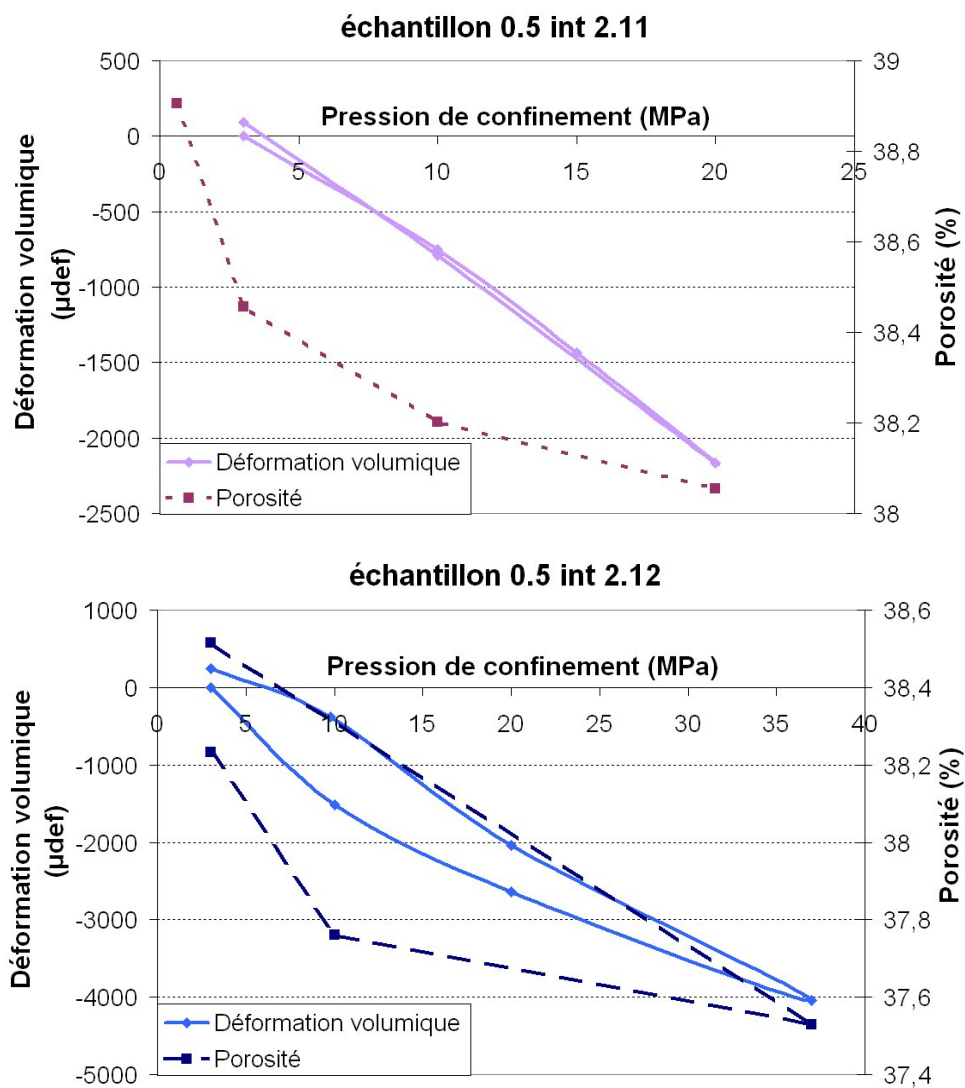


FIGURE 5.8 – Déformations volumiques et variations de porosité des deux échantillons e/c 0,5 séchés à 60°C.



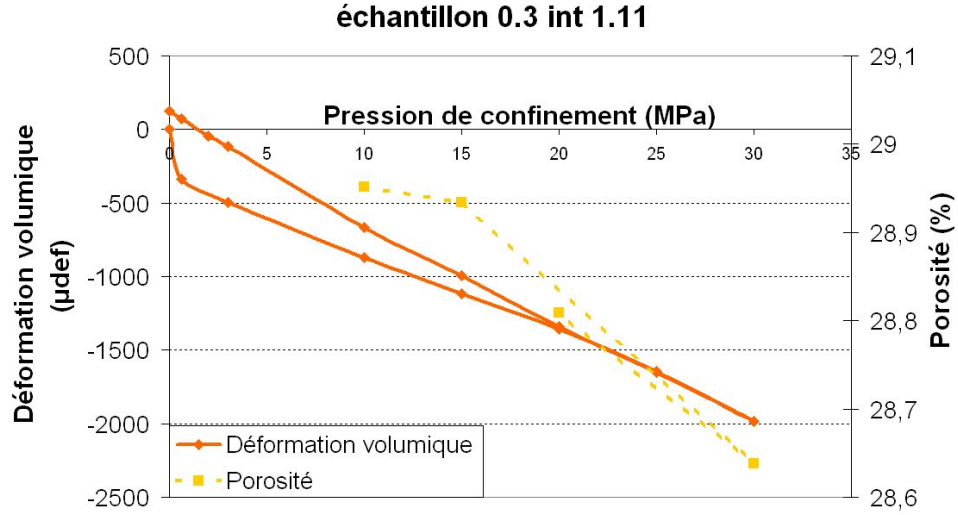


FIGURE 5.9 – Déformation volumique et porosité de l'échantillon 1.11 en fonction du confinement.

On retiendra de cet essai que les valeurs de porosité des échantillons correspondent à celles obtenues par la technique de saturation sous vide. De plus on n'observe pas d'effet majeur du confinement outre une diminution *normale* du volume poreux.

### 5.1.2 Notion de perméabilité : loi de Darcy

La loi de Darcy modélise le transport convectif d'un fluide newtonien incompressible dans un milieu. Elle décrit la mise en mouvement d'un fluide au travers d'un milieu perméable sous un gradient de pression  $\nabla p$ . La perméabilité représente donc la capacité d'un milieu à se faire traverser par un fluide. La loi de Darcy s'écrit, en négligeant le poids du fluide :

$$\vec{v} = -\frac{K}{\mu} \nabla p \quad (5.5)$$

où  $\vec{v}$  est le vecteur vitesse filtration du fluide,  $\mu$  sa viscosité dynamique,  $K$  la perméabilité intrinsèque du milieu (en  $m^2$ ). Dans le cas d'un écoulement 1D en régime permanent au travers d'un milieu homogène isotrope de section  $S$  et de longueur  $L$  on peut écrire :

$$Q_v = \frac{K.S}{\mu} \frac{\Delta P}{L} \quad (5.6)$$

où  $Q_v$  est le débit volumique du fluide,  $\Delta P$  la différence de pression entre les extrémités du milieu. Il est généralement admis que la loi de Darcy est valable pour des écoulements laminaires de fluide. De plus, si le fluide est un gaz, un phénomène de glissement du gaz aux parois du solide peut intervenir ce qui augmente la vitesse du gaz comparativement à la prédiction en régime laminaire. C'est l'effet Klinkenberg [87]. La perméabilité apparente mesurée  $K_{app}$  est dépendante de la pression moyenne du gaz  $P_m$ . On peut alors déduire la perméabilité intrinsèque  $K_{int}$  par la relation :

$$K_{app} = K_{int} \left( 1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (5.7)$$

où  $\beta$  est le coefficient de Klinkenberg, de l'ordre de 0-0,5 MPa pour les matériaux cimentaires. On minimise le poids du facteur lié à  $\beta$  en travaillant à pression d'injection grande. Ainsi on négligera ici l'effet de Klinkenberg (qui nécessite la mesure de la perméabilité sous différentes

pressions d'injection, non envisageable ici pour des questions pratiques) en travaillant à des pressions d'injection assez importantes. De plus on essaiera de travailler tant que possible à des pressions d'injection similaires, afin de pouvoir comparer les perméabilités apparentes mesurées entre les différents échantillons.

### 5.1.3 Techniques expérimentales de mesure de la perméabilité

Le fluide utilisé ici pour la mesure de perméabilité est l'argon pour son côté inerte vis à vis des matériaux cimentaires (contrairement à l'eau). Il y a alors notamment 2 essais possibles pour la mesure de perméabilité, l'essai en régime *quasi-permanent* et l'essai *pulse-test*.

#### Essai en régime quasi-permanent

Cet essai est considéré satisfaisant pour des perméabilités supérieures à  $10^{-19} \text{ m}^2$ , ce qui sera le cas ici. Son principe est schématisé sur la figure 5.10. L'échantillon est placé dans une cellule hydrostatique et drainé à l'une de ses extrémités qui reste donc à pression atmosphérique. On injecte alors du gaz à pression  $P_{inj}$  au travers du réservoir tampon (de volume  $V_r = 0,42 \text{ L}$ ) et de l'échantillon jusqu'à ce que l'écoulement soit permanent. Une fois que l'écoulement est stabilisé, on ferme le robinet 1 si bien que c'est le réservoir tampon qui alimente l'échantillon. A partir d'une pression d'injection  $P_i$  donnée, on mesure ainsi la chute de pression  $\Delta P_i$  pendant un temps  $\Delta t$ . Ce temps sera pris suffisamment court pour que la chute de pression soit négligeable afin que l'hypothèse de régime permanent reste valable. En conditions isothermes on peut donc

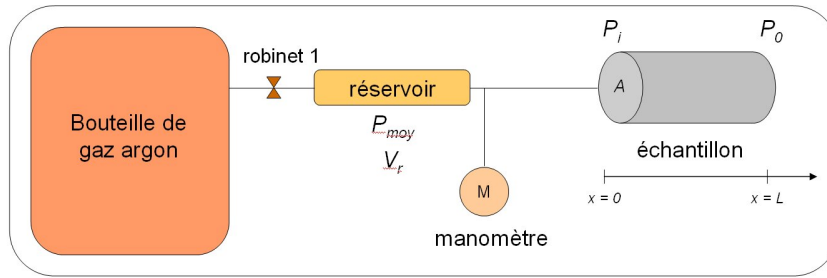


FIGURE 5.10 – Schéma de principe de l'essai de mesure perméabilité en régime quasi permanent [41, 95].

calculer le débit volumique moyen par [41, 95] :

$$Q_v = \frac{V_r \Delta P_i}{P_{moy} \Delta P_i} \quad (5.8)$$

où  $P_{moy}$  est la pression moyenne d'injection du régime quasi-permanent. Elle se calcule par  $P_{moy} = P_i - \Delta P_i/2$ . La loi de Darcy nous donne alors l'expression de la perméabilité apparente [41, 95] pour un échantillon cylindrique de section  $A$  et de longueur  $L$  :

$$K_{app} = \frac{\mu Q_v}{A} \frac{2LP_{moy}}{(P_{moy}^2 - P_0^2)} \quad (5.9)$$

La viscosité dynamique  $\mu$  de l'argon sera prise égale à  $2,2 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$  à  $20^\circ\text{C}$ . Les conditions de l'application de la loi de Darcy ont été discutées dans [95] : il doit y avoir un unique fluide présent dans l'espace poreux (c'est le cas ici étant donné que les matériaux ont été séchés), le régime permanent doit être vérifié (on laissera un temps de circulation du gaz au travers de l'échantillon suffisant pour vérifier cette condition) et le régime doit rester laminaire (valable pour les pressions d'injection de gaz utilisées ici).

### Essai pulse - test

Une autre technique possible pour la mesure de la perméabilité est l'essai pulse-test [24, 41, 92]. Il est particulièrement indiqué pour les milieux très peu perméables, pour lesquels le régime permanent est trop long à s'établir. Le schéma de principe de l'essai est présenté sur la figure 5.11. L'échantillon est placé dans une cellule hydrostatique mais il n'a plus d'extrémité

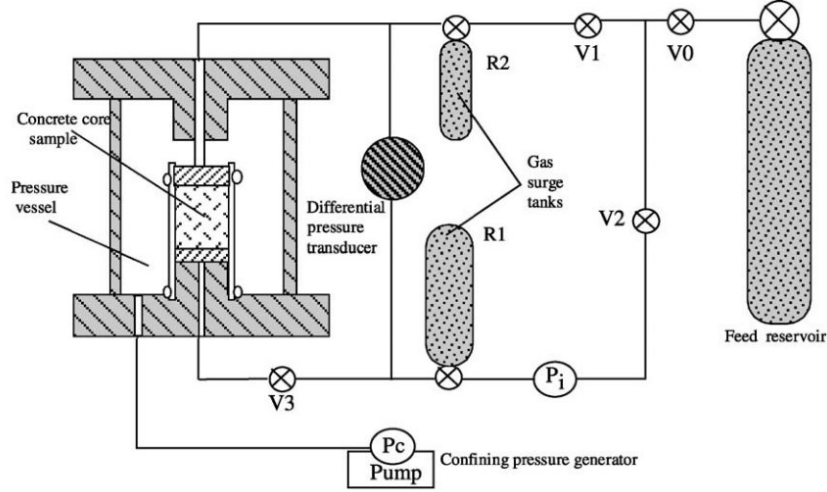


FIGURE 5.11 – Schéma de principe de l'essai de mesure perméabilité pulse-test [24, 41, 92].

en contact avec l'extérieur. Cet essai nécessite 2 réservoirs tampons. Il consiste dans un premier temps à injecter dans l'ensemble du réseau ainsi que dans l'échantillon du gaz jusqu'à stabiliser la pression à une valeur  $P_1$ . On ferme alors les robinets 1 et 3 qui isolent la cellule hydrostatique et le réservoir tampon R2 du système d'injection de gaz. On injecte du gaz dans le réseau entre les robinets 0 et 3 jusqu'à stabiliser la pression à une valeur  $P_2 = P_1 + \Delta P_0$ , puis on ferme le robinet 0. Un transmetteur de pression différentiel donne la différence de pression entre les deux réservoirs, initialement égale à  $\Delta P_0$ . A l'instant  $t = 0$  de l'essai, on ouvre le robinet 3 et la surpression de gaz se dissipe au travers de l'échantillon. On mesure alors la variation de la surpression  $\Delta P(t)$  en fonction du temps. On peut montrer que cette surpression diminue de manière exponentielle [39],  $\Delta P(t) = \Delta P_0 e^{-ct}$  avec  $c$  une constante qui s'écrit :

$$c = -\frac{KA}{\mu L} \left( \frac{1}{V_1} + \frac{1}{V_2} \right) P_f \quad (5.10)$$

où  $V_1$  et  $V_2$  sont les volumes des réservoirs tampons 1 et 2,  $L$  la longueur de l'échantillon,  $A$  sa section,  $P_f$  la pression statique dans le réseau à la fin du temps  $t_f$  passé pour les mesures et vaut  $P_f = P_1 + \Delta P(t_f) V_1 / (V_1 + V_2)$ . On peut par interpolation exponentielle déterminer la constante  $c$  et ainsi déterminer la perméabilité apparente  $K_{app}$ .

#### 5.1.4 Estimation micromécanique de la perméabilité

##### Homogénéisation du problème d'un écoulement dans un milieu hétérogène darcéen

Nous allons appliquer ici à l'estimation de la perméabilité les techniques d'homogénéisation présentées aux chapitres précédents. Pour cela nous utilisons ce qui a été présenté au 1.2.2 mais dans le cadre d'un problème de perméation. En effet, contrairement aux problèmes mécaniques où l'hétérogénéité portait sur les propriétés mécaniques des phases (au travers du tenseur de rigidité d'ordre 4  $\mathbb{C}$  par exemple), l'hétérogénéité porte ici sur le tenseur de perméabilité d'ordre

$2 \underline{k}$ . On considère donc l'écoulement d'un fluide dans un VER darcéen hétérogène de perméabilité  $\underline{k}_{(z)}$  soumis à un gradient de pression macroscopique  $\underline{\nabla}P$ . On définira l'écoulement dans le VER par ses champs locaux de vitesses de filtration  $\underline{q}_{(z)}$  et de pression  $p_{(z)}$ . Le problème posé sur le VER  $\Omega$  s'écrit :

$$\begin{cases} \operatorname{div} \underline{q} &= \underline{0} & \text{sur } \Omega \\ \underline{q} &= -\underline{k}_{(z)} \cdot \underline{\operatorname{grad}} p & \text{sur } \Omega \\ p &= \underline{\nabla}P \cdot \underline{z} & \text{sur } \partial\Omega \end{cases} \quad (5.11)$$

Comme en élasticité, on exprime la linéarité entre la solution  $p$  du problème 5.11 au chargement macroscopique  $\underline{\nabla}P$  au moyen d'un tenseur de localisation  $\underline{\underline{A}}_{(z)}$  reliant gradients de pression macroscopiques et microscopiques :  $\underline{\operatorname{grad}} p_{(z)} = \underline{\underline{A}}_{(z)} \cdot \underline{\nabla}P$ . Le vecteur de filtration macroscopique  $\underline{Q}$  est défini comme la moyenne  $\underline{\bar{q}}$ . La relation entre ce vecteur et le gradient de pression macroscopique est la loi de Darcy :  $\underline{Q} = -\underline{K} \cdot \underline{\nabla}P$  où  $\underline{K}$  est le tenseur de perméabilité macroscopique. Considérant un milieu constitué de  $n$  phases  $i$ , de fractions volumiques  $f_i$  et de tenseur de perméabilité  $\underline{k}_i$ , on peut donc écrire :

$$\underline{K} = \overline{\underline{k} \cdot \underline{\underline{A}}} = \sum_i f_i \underline{k}_i \cdot \underline{\underline{A}}_i \quad (5.12)$$

Comme pour le problème d'homogénéisation en mécanique, on se ramène au calcul de la moyenne par phase du tenseur de localisation. Cette moyenne sera donc de la même manière estimée par un schéma d'homogénéisation basé sur le problème d'Eshelby. Dans ce schéma, le tenseur de rigidité sera remplacé par le tenseur de perméabilité, le tenseur d'Eshelby d'ordre 4 du problème mécanique par le tenseur d'Eshelby d'ordre 2  $\underline{\underline{S}}$  de la phase considérée (ne dépendant que de sa forme et de son orientation), le tenseur de Hill par le tenseur  $\underline{P}_0 = \underline{\underline{S}} \cdot \underline{k}_0^{-1}$ , où  $\underline{k}_0$  est le tenseur de perméabilité du milieu de référence. On peut à présent utiliser un schéma d'homogénéisation (type Mori-Tanaka ou auto-cohérent) pour estimer la perméabilité macroscopique d'un milieu hétérogène.

### Application au milieu poreux

Nous allons ici appliquer les développements précédents à l'estimation de la perméabilité d'un milieu poreux constitué d'une phase solide homogène perméable et de pores sphériques. Nous comparerons les estimations obtenues avec le schéma de Mori-Tanaka et le schéma auto-cohérent. La perméabilité de la phase solide est prise isotrope, de perméabilité  $k_s$ , et la porosité est modélisée comme une phase perméable de perméabilité  $k_p$ . On obtient alors les estimations suivantes :

$$\begin{aligned} K_{MT} &= \frac{2k_s + k_p + 2\varphi(k_p - k_s)}{2k_s + k_p - 2\varphi(k_p - k_s)} k_s \\ K_{AC} &= \frac{k_s(2K_{AC} + k_p) + 2\varphi K_{AC}(k_p - k_s)}{2K_{AC} + k_p - \varphi(k_p - k_s)} \end{aligned} \quad (5.13)$$

On peut poser  $k_p = a \cdot k_s$  et s'intéresser aux rapports  $K_{MT}/k_s$  et  $K_{AC}/k_s$  en fonction de ce coefficient  $a$  (on s'attend à des valeurs de  $a \gg 1$ ). Les résultats obtenus sur la figure 5.12 pour des rapports  $a$  de 0,1, 2, 10 et 100 montrent qu'à faible porosité ( $\simeq 20\%$ ) les deux estimations sont semblables, et qu'à des porosités plus grandes, l'écart est d'autant plus grand que l'hétérogénéité de perméabilité entre les pores et le solide est forte.

La situation de la phase solide imperméable est également intéressante. Dans ce cas, les estimations deviennent :

$$\begin{aligned} K_{MT} &= 0 \\ K_{AC} &= \frac{1}{2} k_p (3\varphi - 1) \end{aligned} \quad (5.14)$$

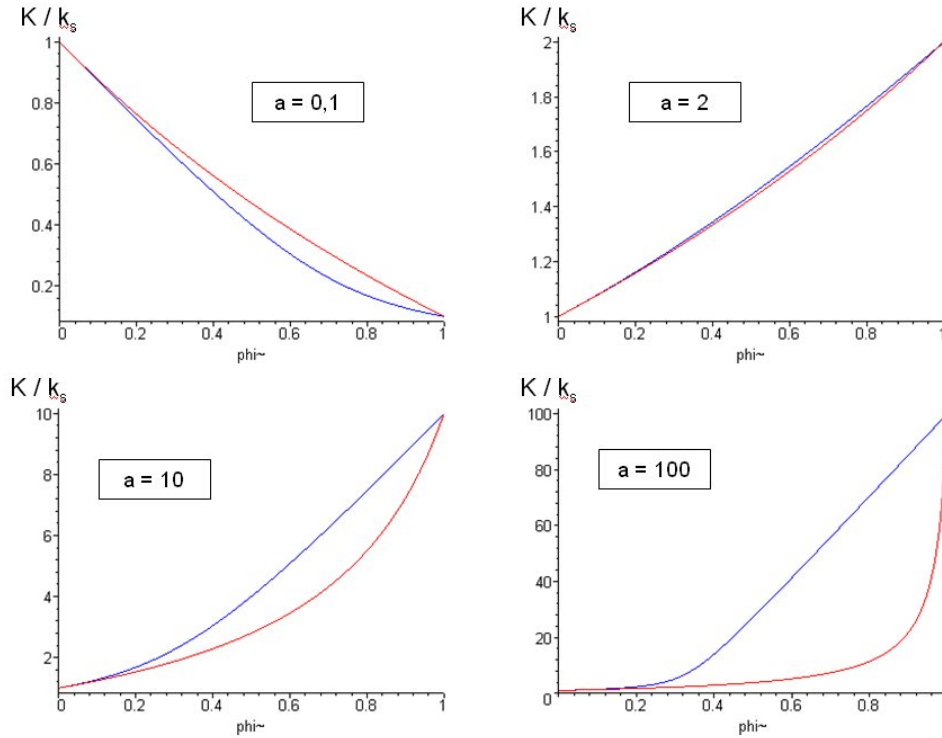


FIGURE 5.12 – Estimation des perméabilités homogénéisées du milieu biphasique poreux pour différentes valeurs du rapport  $a = k_p/k_s$ . En rouge, l'estimation du schéma de Mori-Tanaka, en bleu celle du schéma auto-cohérent.

On obtient alors pour le schéma de Mori-Tanaka un milieu macroscopique imperméable (la matrice, phase percolante du milieu, étant imperméable), et pour le schéma auto-cohérent une porosité critique  $\varphi_{cr} = 1/3$  en dessous de laquelle le milieu est macroscopiquement imperméable.

## 5.2 Propriétés de transport de la pâte de ciment

Nous allons utiliser ici les techniques expérimentales précédentes à la mesure de la perméabilité des échantillons de pâte de ciment d'e/c 0,5 séchés à  $60^\circ\text{C}$ . Nous tenterons ensuite d'estimer leur perméabilité par un modèle micromécanique. Les échantillons testés sont cylindriques, de diamètre 37 mm et d'environ 70 mm de hauteur.

### 5.2.1 Résultats expérimentaux sur pâte

Nous testons ici deux échantillons séchés à  $60^\circ\text{C}$ , numérotés 4.1 et 4.2. Nous avons procédé à des mesures de perméabilité en régime quasi-permanent pour différents niveaux de confinement, en charge et décharge, entre 1 et 25 MPa. La pression de gaz utilisée pour les mesures est d'environ 2 MPa, sauf pour le confinement à 1 MPa où elle vaut 0,4-0,5 MPa (la pression de gaz interstitielle ne peut en effet dépasser la pression de confinement, au risque de mettre en péril l'essai). Les chutes de pression utilisées varient entre 0,02 et 0,1 MPa. Les échantillons testés sont décrits dans le tableau 5.13.

Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau 5.14 et tracés sur la figure 5.15.

On observe une dispersion des mesures à très faible confinement mais des valeurs très similaires à plus fort confinement ( $\geq 10$  MPa). Ceci peut s'expliquer par la microfissuration des échantillons due au séchage qui peut varier d'un échantillon à l'autre (effets de structure dus

## 5.2 Propriétés de transport de la pâte de ciment

$N^o$ éch.	$e/c$	$\Phi$ (mm)	H (mm)
4.1	0,5	36,1	69,8
4.2	0,5	36,1	69,8

FIGURE 5.13 – Échantillons de pâte de ciment séchés à  $60^\circ C$  utilisés pour la mesure de perméabilité.

$N^o$ éch. \ $P_c$ (MPa)	1	3	5	10	15	25	10	3	1
4.1	33,5	12,3	8,7	3,6	2,9	2,7	2,9	8,6	18,1
4.2	12,2	6,2	4,0	3,0	2,7	2,6	2,9	5,3	10,0
moyenne	22,9	9,3	6,4	3,3	2,8	2,6	2,9	7,0	14,1

FIGURE 5.14 – Perméabilités apparentes mesurées, en  $10^{-17} m^{-2}$ .

au séchage sur les  $\Phi 37$ ). Toutefois pour une pression suffisamment importante afin de fermer ces microfissures, on observe que les perméabilités sont très proches et caractérisent de manière satisfaisante la perméabilité de la pâte. De plus on peut remarquer une non-réversibilité caractéristique des mesures de perméabilité sur échantillons microfissurés [30] : la perméabilité à faible confinement en décharge est inférieure à la perméabilité initiale. Il semble donc que les microfissures refermées par le confinement ne se soient pas réouvertes dans la durée de l'expérience ou que la microstructure a évolué en charge. Pour la suite, nous prendrons comme valeur la perméabilité mesurée à un confinement de 15 MPa, soit ici  $K_{0,5_{60}} = 2,77 \cdot 10^{-17} m^2$ .

Nous avons effectué ces mêmes essais sur deux échantillons de diamètre 20 mm et de hauteur 40 mm (semblables à ceux utilisés en poro-mécanique). Les résultats sont exposés dans le tableau 5.16.

On peut comparer les valeurs moyennes obtenues pour les deux dimensions d'échantillons sur la figure 5.17. On observe ainsi un bon accord pour les deux tailles d'échantillon. Il y a cependant une différence aux confinements de 3 et 5 MPa. La perméabilité des échantillons  $\Phi 20$  diminue plus rapidement. Cette observation, si elle peut être considérée comme significative, irait dans le sens d'une microfissuration plus importante des échantillons de 37 mm de diamètre suite au séchage (expliquant ainsi les différences sur les modules d'Young obtenus en compression simple). Il faut donc une pression de confinement plus importante pour fermer ces fissures. Toutefois, on pourrait penser alors que la valeur de la perméabilité à très faible confinement (1 MPa) des échantillons  $\Phi 20$  soit inférieure aux  $\Phi 37$  (même si la contrainte en compression simple a un effet de refermeture de fissures : la partie sphérique d'une contrainte uniaxiale de 10 MPa valant 10/3 MPa). Or cela n'est pas observé ici. Néanmoins, cette mesure à faible confinement est réalisée à une pression d'injection de gaz faible (environ 0,5 MPa), et les erreurs de mesure sont plus grandes (la perméabilité apparente étant inversement proportionnelle au carré de la pression, les mesures réalisées à faible pression nécessitent des temps bien plus longs).

### 5.2.2 Estimation micromécanique de la perméabilité de la pâte

Nous allons utiliser les développements du 5.1.4 pour estimer la perméabilité de la pâte de ciment. La microstructure considérée est celle de la figure 3.34 du 3.3.4. Les fractions volumiques des différentes phases y sont précisées. Nous noterons respectivement  $k_{p_1}$ ,  $k_{p_2}$  et  $k_{p_3}$  la perméabilité des pores des niveaux 1, 2 et 3 (à savoir la porosité des phases CSH BD et HD, la porosité du gel CSH et les vides d'air). Nous ferons les hypothèses suivantes :

1. la particule élémentaire de CSH est imperméable.

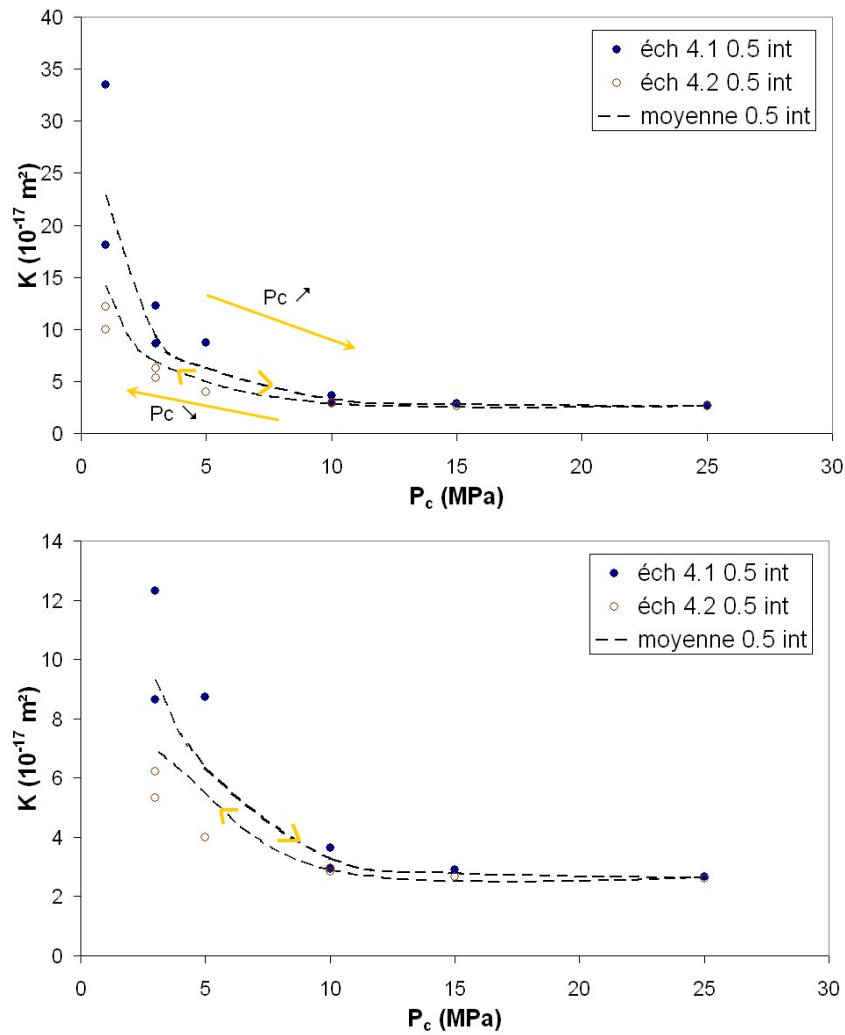


FIGURE 5.15 – Perméabilités apparentes mesurées pour les deux échantillons 4.1 et 4.2 d’e/c 0,5 séchés à 60°C, en haut pour un confinement entre 1 et 25 MPa, en bas entre 3 et 25 MPa.

2. les cristaux de portlandite et de sulfoaluminates sont imperméables.
3. la perméabilité de la nanoporosit  est estim e par la perm abilit  d’un pore cylindrique :  $k = d^2/32$ , o   $d$  est le diam tre du pore.
4. la perm abilit  d’un pore ne d pendant que du carr  de son diam tre, et en supposant un rapport de taille de 10 entre les nanopores du niveau 1 ( $d_{moy1} \simeq 2 - 5 \text{ nm}$ ) et du niveau 2 ( $d_{moy2} \simeq 20 - 50 \text{ nm}$ ), et un rapport de 1000 entre les vides d’air ( $d_{moy3} \simeq 2 - 5 \text{ }\mu\text{m}$ ) et les nanopores du niveau 1, on consid rera les relations suivantes :  $k_{p2} = 10^2 \cdot k_{p1}$  et  $k_{p3} = 1000^2 \cdot k_{p1}$ .

On prendra ici un rayon moyen de la nanoporosit  du niveau 1  $d_{moy1} = 5 \text{ nm}$ , soit  $k_{p1} = 7,8 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ .

**Le Niveau 1 : les phases CSH BD et HD** On utilise ici, tout comme pour l’ lasticit , un sch ma auto-coh rent pour les phases CSH BD et HD. On obtient  $K_{BD} = 3,1 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$  et  $K_{HD} = 0$ . La phase CSH HD a une perm abilit  nulle ici. Cela  tait attendu  tant donn e l’hypoth se d’impermeabilit  de la particule  l mentaire de CSH et la porosit  de 26 % de la phase CSH HD, inf rieure   la porosit  critique du sch ma auto-coh rent.

## 5.2 Propriétés de transport de la pâte de ciment

$N^{\circ}$ éch.	$P_c$ (MPa)	$\Phi$ (mm)	H (mm)	1	3	5	10	15	25	10	3	1
4.11		19,7	39,4	19,2	4,6	3,4	2,6	2,3	2,0	2,2	2,6	6,4
4.21		19,5	39,3	26,0	7,1	4,1	3,4	3,0	2,7	2,9	3,9	10,2
moyenne				22,6	5,8	3,7	3,0	2,7	2,4	2,6	3,3	8,3

FIGURE 5.16 – Perméabilités apparentes mesurées, en  $10^{-17} m^{-2}$ .

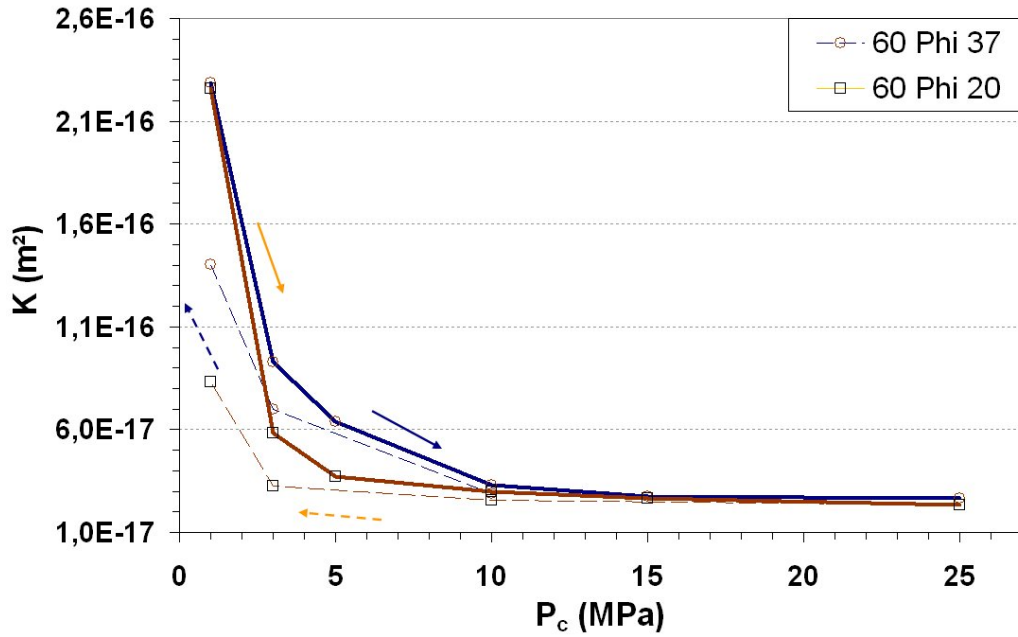


FIGURE 5.17 – Comparaison des moyennes des mesures de perméabilité effectuées sur des échantillons de diamètres 20 et 37 mm de Pdc05 séchés à  $60^{\circ}C$ .

**Le Niveau 2 : le gel CSH** A ce niveau le gel CSH est constitué d'une matrice de CSH BD, d'inclusions imperméables de CSH HD et de pores. La perméabilité du gel est donc estimée par un schéma de Mori-Tanaka et vaut alors :  $K_{gel} = 3,7 \cdot 10^{-19} m^2$ .

**Le Niveau 3 : la pâte de ciment** Finalement, au niveau 3, la pâte est constituée d'une matrice de gel CSH, d'inclusions imperméables de portlandite et de sulfoaluminates, ainsi que de vides d'air. Un schéma de Mori-Tanaka donne :  $K_{pâte} = 2,5 \cdot 10^{-19} m^2$ .

L'estimation de la perméabilité obtenue est très inférieure à la perméabilité obtenue expérimentalement,  $K_{0,560} = 2,77 \cdot 10^{-17} m^2$ . On obtient un rapport 100 entre les 2. Cela fait écho au travail qui a été effectué sur l'estimation des propriétés élastiques de la pâte, avec la prise en compte d'un défaut d'adhérence entre les particules élémentaires de CSH via une raideur d'interface finie traduisant l'effet du séchage. Cette raideur d'interface peut avoir un pendant pour le phénomène de transport, à savoir une perméabilité d'interface. Nous allons donc considérer dans un nouveau schéma que les particules élémentaires de CSH sont imperméables mais que leur interface est perméable. Il faut d'abord définir cette notion. C'est l'objet du paragraphe suivant.

### Modèle à interfaces perméables

Nous présentons ici brièvement la théorie utilisée dans [44] pour prendre en compte une perméabilité d'interface dans l'estimation macroscopique de la perméabilité. On voit en effet l'inter-



face  $\mathcal{I}$  comme une couche d'épaisseur infinitésimale dans laquelle le vecteur filtration surfacique est proportionnel au gradient de pression dans l'interface selon la relation :  $\mathbf{q} = -\eta \mathbf{grad}_s p$ , où  $\eta$  est la perméabilité d'interface et s'exprime en  $m^3$ . Considérant un milieu constitué de pores sphériques et d'une phase solide sphérique  $\Omega_s$  de perméabilité  $k_s$  possédant des interfaces perméables, le vecteur filtration macroscopique s'écrit :

$$\bar{\mathbf{v}} = \varphi \bar{\mathbf{v}}^p + (1 - \varphi) \bar{\mathbf{v}}^s + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\partial\Omega_s} \mathbf{q} dS \quad (5.15)$$

où  $\bar{\mathbf{v}}^p$  et  $\bar{\mathbf{v}}^s$  sont les moyennes respectivement des vecteurs de filtration dans les pores et le solide. Dans le cadre d'un solide imperméable, le problème est représenté sur la figure 5.18). On considère que le milieu de référence est soumis à des conditions aux limites de type Hashin avec un gradient de pression macroscopique effectif  $\underline{\nabla P_0}$ . Le lien entre ce gradient de pression et le gradient de pression macroscopique est donné par la règle de moyenne sur les gradients de pression :  $\nabla \mathbf{P} = \mathbf{grad} p$ . De plus la loi de Darcy macroscopique s'écrit :  $\bar{\mathbf{v}} = -K_{hom} \cdot \nabla \mathbf{P}$ , ce

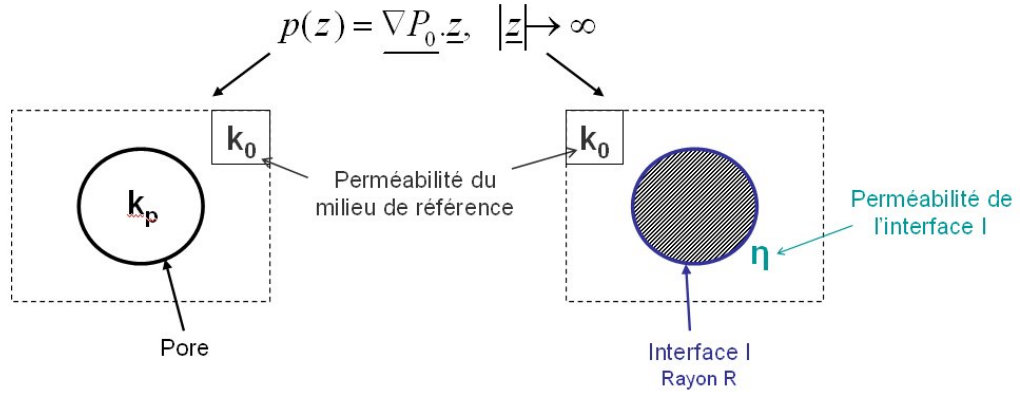


FIGURE 5.18 – Problème d'Eshelby pour l'estimation de la perméabilité macroscopique. Dans le cadre du schéma auto-cohérent, le milieu de référence est le milieu homogénéisé et  $k_0 = K_{AC}$ .

qui permet d'exprimer la perméabilité du milieu homogénéisé  $K_{hom}$  en fonction notamment de la perméabilité de chaque phase, de la perméabilité d'interface et du rayon des sphères solides dont l'interface est perméable. L'estimation fournie par le schéma auto-cohérent dans le cas où les sphères solides sont imperméables de rayon  $R$  et où les pores ont une perméabilité infinie est tirée de [44] :

$$K_{AC} = \frac{2}{1 - 3\varphi} \frac{\eta}{R} \quad (5.16)$$

Nous pouvons étendre ce résultat au cas où la perméabilité des pores reste finie (voir figure 5.18) par la résolution de :

$$K_{AC} = 2 \frac{\eta(2K_{AC} + k_p) + \varphi K_{AC}(Rk_p - 2\eta)}{R(2K_{AC} + k_p) + \varphi(2\eta - Rk_p)} \quad (5.17)$$

### Application à l'estimation de la perméabilité de la pâte de ciment

Nous reprenons ici le modèle qui a été utilisé précédemment et qui sous-estime fortement la perméabilité de la pâte en ajoutant une perméabilité d'interface  $\eta_{CSH}$  aux particules élémentaires de CSH et en supposant que les CSH BD et HD ont même perméabilité d'interface. Nous choisirons une nouvelle fois un rayon de 2.5 nm pour ces particules et nous nous placerons dans le cadre des hypothèses formulées précédemment, si bien que la perméabilité homogénéisée  $K_{pâte}$  ne dépend que de la perméabilité d'interface  $\eta_{CSH}$ . L'évolution de  $K_{pâte}$  en fonction de  $\eta_{CSH}$  est monotone et l'on peut donc par calcul inverse déterminer la perméabilité d'interface permettant

## 5.2 Propriétés de transport de la pâte de ciment

de retrouver les résultats expérimentaux. Nous retiendrons  $\eta_{CSH} = 8,7 \cdot 10^{-26} \text{ m}^3$ . On peut dès lors estimer la perméabilité des différents niveaux de la microstructure.

**Le Niveau 1 : les phases CSH BD et HD** On utilise ici un schéma auto-cohérent avec interfaces perméables pour les phases CSH BD et HD. On obtient  $K_{BD} = 3,3 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$  et  $K_{HD} = 4,3 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ .

**Le Niveau 2 : le gel CSH** A ce niveau le gel CSH est constitué d'une matrice de CSH BD, d'inclusions perméables de CSH HD et de pores. La perméabilité du gel est donc estimée par un schéma de Mori-Tanaka et vaut maintenant :  $K_{gel} = 4,1 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ .

**Le Niveau 3 : la pâte de ciment** Finalement, au niveau 3, le schéma de Mori-Tanaka donne :  $K_{p\hat{a}te} = 2,76 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ .

On peut comparer la quantité  $\eta_{CSH}/r_{CSH}$  à la perméabilité des pores du niveau 1, soit  $k_{p1} = d_{moy1}^2/32$ . Ainsi on obtient  $\eta_{CSH}/(r_{CSH}k_{p1}) \simeq 4\%$ . On s'aperçoit que, malgré la faible valeur de cette perméabilité d'interface par rapport à la perméabilité des pores, sa prise en compte a un impact majeur. Il est néanmoins discutable de tenter d'estimer une caractéristique physique de type "épaisseur d'interface" par ce type de démarche. Le rôle de l'interface semble davantage lié à la connexion entre pores qui est sous-estimée dans le cadre d'un schéma classique.

### 5.2.3 Influence de la morphologie

Nous nous proposons ici d'évoquer qualitativement l'influence du choix de la morphologie fait pour la microstructure de la pâte. En effet le modèle considéré pour la pâte de ciment utilise une représentation sphérique des hydrates, alors que leur forme réelle semble plus complexe (voir 3.1.2). Aussi nous allons nous intéresser à l'impact de ce choix sur l'estimation de la perméabilité. Pour cela nous considérons ici un milieu polycristallin constitué de grains solides imperméables de rapport d'aspect  $\omega$  quelconque dont la distribution spatiale est isotrope, et des pores sphériques. La perméabilité des pores sera notée  $K_p$  et la porosité  $\varphi$ . Nous mettrons ainsi en œuvre un schéma auto-cohérent pour estimer la perméabilité homogénéisée d'un tel milieu. Notons  $\underline{\underline{\mathbf{S}}}_{ac}^p$  et  $\underline{\underline{\mathbf{S}}}_{ac}^{él}$  le tenseur d'Eshelby d'ordre 2 respectivement d'un pore sphérique et d'une ellipsoïde (sa définition a été introduite au 5.1.4). Ce dernier tenseur dépend de la forme et de l'orientation de l'ellipsoïde considéré. Dans la base sphérique, il s'écrit donc  $\underline{\underline{\mathbf{S}}}_{ac}^{él}(\theta, \psi)$ . Aussi il faut considérer ici une infinité de phases, différant entre elles de par leur orientation. Le tenseur de perméabilité des pores sera noté  $\underline{\underline{\mathbf{K}}}_p = K_p \underline{\underline{\mathbf{1}}}$ . Étant donné l'isotropie de ce tenseur de perméabilité et l'isotropie de la distribution spatiale du solide, le tenseur homogénéisé est lui même isotrope et sera noté  $\underline{\underline{\mathbf{K}}}_{ac} = K_{ac} \underline{\underline{\mathbf{1}}}$ . On aura la relation :

$$\underline{\underline{\mathbf{K}}}_{ac} = \underline{\underline{\mathbf{K}}} : \underline{\underline{\mathbf{A}}}_{ac} = \varphi \underline{\underline{\mathbf{K}}}_p : \underline{\underline{\mathbf{A}}}_{ac}^p \quad (5.18)$$

où  $\underline{\underline{\mathbf{A}}}_{ac}$  est le tenseur de localisation auto-cohérent du problème d'écoulement. Notant  $\underline{\underline{\mathbf{P}}}_{ac}^p = \underline{\underline{\mathbf{S}}}_{ac}^p \cdot \underline{\underline{\mathbf{K}}}_{ac}^{-1}$  le tenseur de Hill pour le problème du transport et  $\underline{\underline{\mathbf{A}}}$  le tenseur de localisation tiré de la solution du problème d'Eshelby (tenseur de localisation du schéma dilué), on aura :

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\mathbf{A}}}^p &= \left( \underline{\underline{\mathbf{1}}} + \underline{\underline{\mathbf{P}}}_{ac}^p : \left( \underline{\underline{\mathbf{K}}}_p - \underline{\underline{\mathbf{K}}}_{ac} \right) \right)^{-1} \\ \underline{\underline{\mathbf{A}}}^{él}(\theta, \psi) &= \left( \underline{\underline{\mathbf{1}}} + \underline{\underline{\mathbf{P}}}_{ac}^{él}(\theta, \psi) : \left( \underline{\underline{\mathbf{K}}}_{él} - \underline{\underline{\mathbf{K}}}_{ac} \right) \right)^{-1} \end{aligned} \quad (5.19)$$

où l'on prendra  $\underline{\underline{\mathbf{K}}}_{él}$  nul. On aura alors :

$$\underline{\underline{\mathbf{A}}}_{ac}^p = \underline{\underline{\mathbf{A}}}^p : \left( (1 - \varphi) \underline{\underline{\mathbf{A}}}^{él} + \varphi \underline{\underline{\mathbf{A}}}^p \right)^{-1} \quad (5.20)$$

où la notation  $\llbracket \cdot \rrbracket$  représente une moyenne angulaire :

$$\llbracket \underline{\underline{\mathbf{A}}}^{el} \rrbracket = \frac{1}{4\pi} \int_{\psi=0}^{\psi=2\pi} \int_{\theta=0}^{\theta=\pi} \underline{\underline{\mathbf{A}}}^{el}(\theta, \psi) \sin \theta d\theta d\psi \quad (5.21)$$

Nous nous intéressons maintenant à l'influence du rapport d'aspect des ellipsoïdes sur la perméabilité homogénéisée. Pour traiter de cette influence on peut notamment étudier l'évolution de la porosité critique du schéma auto-cohérent (voir 5.1.4), c'est à dire la porosité en dessous de laquelle le milieu est macroscopiquement imperméable.

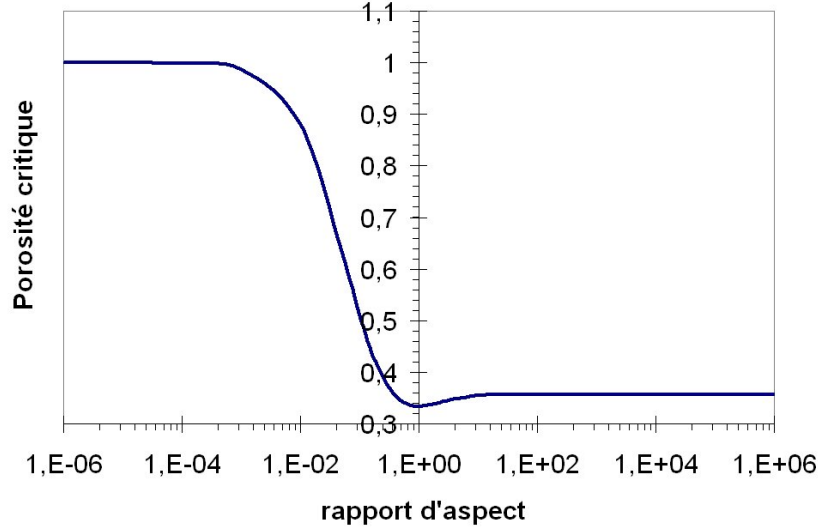


FIGURE 5.19 – Évolution de la porosité critique en fonction du rapport d'aspect. Dans ce calcul  $K_p$  est maintenu constant.

On observe sur la figure 5.19 que la porosité critique minimale ( $1/3$ ) est obtenue pour un rapport d'aspect de 1 (cas des sphères). Pour des rapports d'aspect plus grands, elle est légèrement supérieure. Au contraire, pour de faibles rapports d'aspect ( $\ll 1$ ), cette porosité critique tend vers 1, c'est à dire que pour des objets solides aplatis, le milieu est macroscopiquement imperméable même pour des porosités très grandes (proches de 1). Cette observation est confirmée par la figure 5.20 où on trace l'évolution du rapport  $K_{ac}/K_p$  en fonction du rapport d'aspect des grains solides pour une porosité  $\varphi = 0,4$ . On obtient que pour des objets suffisamment aplatis ( $\omega \leq 0,4$ ), ce rapport est nul ou très faible, qu'il est maximal pour des sphères et diminue pour des objets allongés. Toutefois, à même porosité et à même valeur de  $K_p$ , un milieu constitué d'objets aplatis ( $\omega < 0,5$ ) sera moins perméable qu'un milieu constitué d'objets fibrillaires.

Ainsi [151] a montré qu'en quantité suffisante, l'ajout de laitiers dans le ciment en remplacement du clinker favorisait une morphologie sous forme de feuillets des *outer* CSH (initialement fibrillaires dans un ciment classique). [114] a lui obtenu pour des mortiers à base de ciment CEM III (ciment à base de laitier) une perméabilité moins grande et une meilleure durabilité vis à vis des attaques chimiques en comparaison à des mortiers de CEM I, alors même que la porosité mesurée des deux microstructures est semblable. En rapprochant ces deux études et les conclusions du présent travail, on est conduit à penser que la morphologie des hydrates peut alors être une des explications de ces observations. Une microstructure constituée d'objets solides aplatis devrait avoir une meilleure durabilité comparée à une autre constituée de fibres d'après la figure 5.20. Toutefois cette analyse est faite dans le cadre de pores sphériques, et il se peut que la forme des solides impacte la forme des pores. Cette discussion n'est pas effectuée ici.

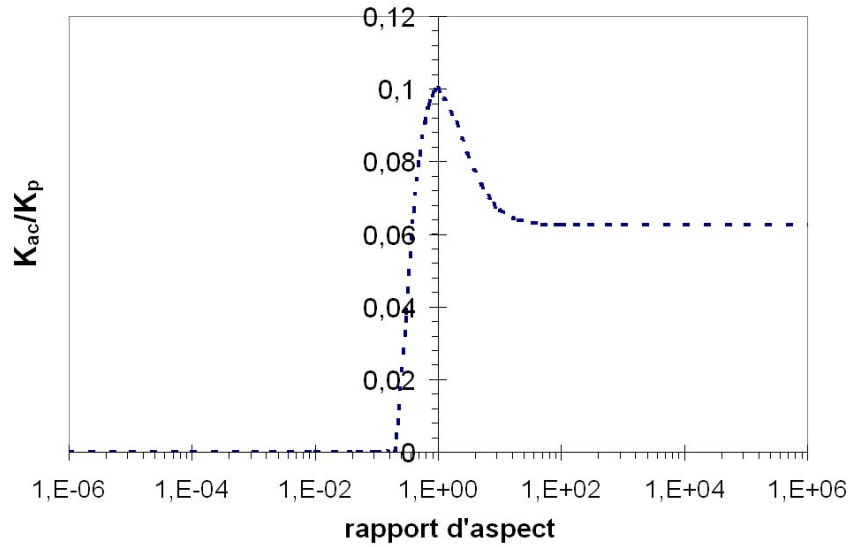


FIGURE 5.20 – Évolution du rapport  $K_{ac}/K_p$  en fonction du rapport d'aspect pour une porosité de 0,4.

### 5.3 Propriétés de transport du mortier

Nous allons maintenant nous intéresser à la perméabilité des mortiers M15, M30 et M58 séchés à  $60^\circ C$ . Nous tenterons ensuite de l'estimer par un modèle micromécanique. Les échantillons testés sont cylindriques, de diamètre 37 mm et d'environ 70 mm de hauteur.

#### 5.3.1 Résultats expérimentaux sur mortier

Nous avons effectué des essais de perméabilité en régime quasi-permanent sur deux échantillons séchés à  $60^\circ C$  pour chaque fraction volumique de sable, 15, 30 et 58 %. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 5.21. On constate une très bonne reproductibilité sur les deux échantillons testés pour des niveaux de confinement  $P_c \geq 5 \text{ MPa}$ . Comme attendu, la perméabilité est d'autant plus faible que la fraction volumique de sable augmente. On peut aussi

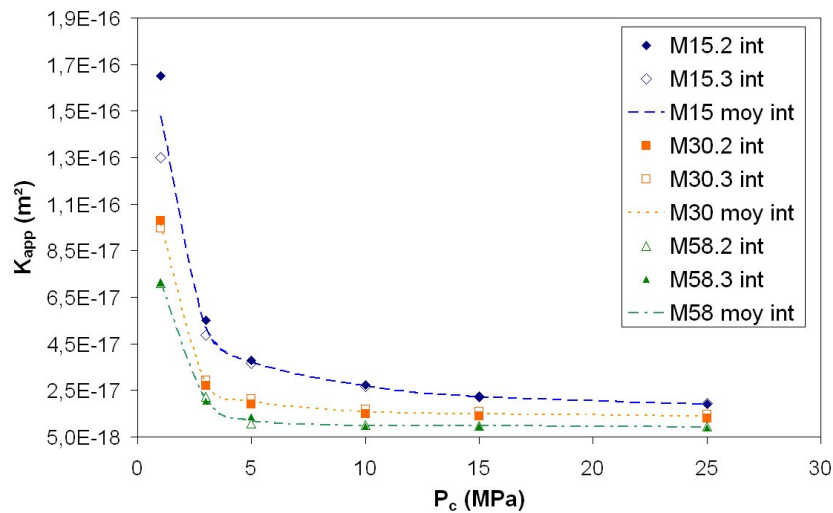


FIGURE 5.21 – Mesures de la perméabilité d'échantillons pour 3 fractions volumiques de sable à différents niveaux de confinement.

s'intéresser à la variation de la perméabilité lorsque l'on réalise une décharge en confinement. Sur la figure 5.22 on constate que la mesure n'est pas réversible. Tout comme pour la pâte de ciment, le confinement a fermé des microfissures dues au séchage qui ne se sont pas réouvertes lors de la décharge. Par ailleurs, on peut remarquer que la perméabilité est sensible en charge à des confinements  $P_c \leq 10 \text{ MPa}$  puis qu'elle varie peu pour des confinements supérieurs.

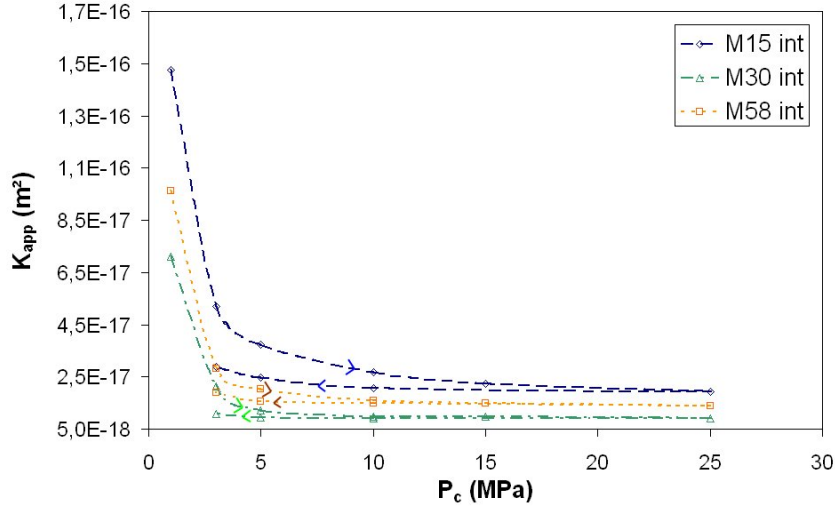


FIGURE 5.22 – Perméabilité d'échantillons pour 3 fractions volumiques de sable à différents niveaux de confinement en charge-décharge.

On prendra donc comme valeur pour la perméabilité en vue de la modélisation les résultats des essais pour  $P_c = 15 \text{ MPa}$  afin d'effacer les effets du séchage (voir tableau 5.23). On retrouve

échantillon	M15	M30	M58
$K_{app}$ (en $10^{-18} \text{ m}^2$ )	22,2	15,0	9,65

FIGURE 5.23 – Perméabilités apparentes des mortiers séchés à  $60^\circ\text{C}$  mesurées à  $P_c = 15 \text{ MPa}$ .

d'ailleurs les résultats de [30] pour le mortier M58 séché à  $60^\circ\text{C}$  qui a mesuré une perméabilité de  $9,75 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$  à  $P_c = 15 \text{ MPa}$ .

### 5.3.2 Estimation micromécanique de la perméabilité

On utilise ici le cadre théorique présenté au 5.1.4 avec la microstructure utilisée au 2.4.1 pour le mortier, à savoir des inclusions de sable dans une matrice pâte de ciment. Notant  $k_m$  la perméabilité de la pâte de ciment,  $k_s$  et  $f_s$  respectivement la perméabilité et la fraction volumique du sable, le schéma de Mori-Tanaka donne :

$$K_{MT} = \frac{2k_m(1 - f_s) + k_s(1 + 2f_s)}{2k_m + k_s + f_s(k_m - k_s)} k_m \quad (5.22)$$

Dans le cas d'inclusions imperméables, cette relation devient :

$$K_{MT} = \frac{2(1 - f_s)}{2 + f_s} k_m \quad (5.23)$$

On prendra pour  $k_m$  la perméabilité obtenue expérimentalement à  $P_c = 15 \text{ MPa}$ , soit  $k_m = K_{0,560} = 2,77 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2$ . On compare les résultats obtenus précédemment à l'estimation

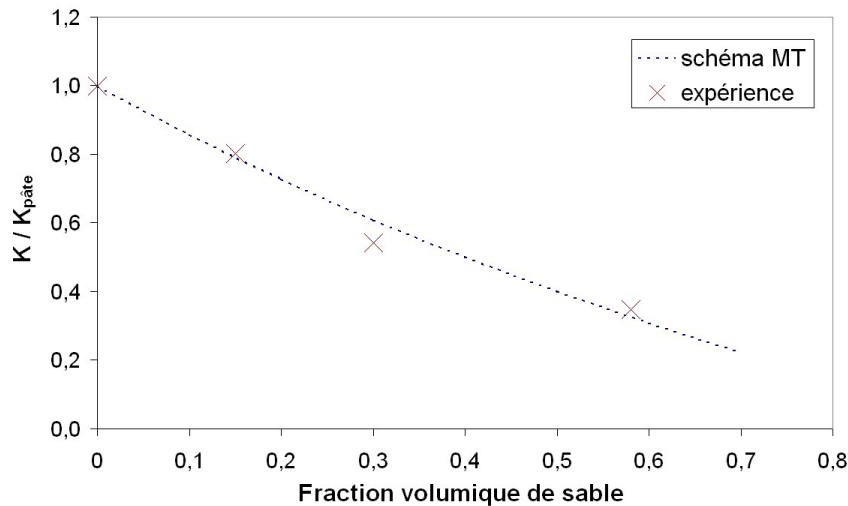


FIGURE 5.24 – Comparaison des résultats expérimentaux et du schéma de Mori-Tanaka du rapport  $K_{mortier}/K_{pâte}$  pour différentes fractions volumiques de sable.

du schéma de Mori-Tanaka sur la figure 5.24. On s’aperçoit que l’estimation reproduit de manière très satisfaisante les mesures expérimentales. Toutefois ce bon accord entre les résultats expérimentaux et le modèle est surprenant. Comme pour la pâte de ciment, on a utilisé un schéma de Mori-Tanaka avec des grains de sable interfacés. On s’attendrait devoir définir une perméabilité d’interface pour ces grains comme ce qui a été fait pour les particules de CSH. La seule interrogation peut porter sur le choix de la perméabilité de la matrice pâte de ciment. La perméabilité de la pâte dans le mortier est-elle vraiment celle obtenue expérimentalement sur la pâte de ciment ? Cette question s’est déjà posée pour les propriétés mécaniques (voir 2.5.3). De nouveau il apparaît intéressant de mesurer la raideur de la matrice pâte de ciment dans le mortier par des essais de nanoindentation, et de comparer ces résultats aux essais réalisés sur les échantillons de pâte.

On peut d’ailleurs déjà apporter une réponse en s’intéressant aux résultats de [137] concernant l’évolution de la porosité en fonction de la distance à la surface du grain. On observe en effet sur la figure 2.21 que la porosité à la surface du grain est de l’ordre de 30 % pour atteindre environ 10 % à plus de 30  $\mu m$  de cette surface. Il y a donc une répartition non uniforme de la porosité due à la présence des grains, avec une porosité de la pâte *bulk* inférieure à ce qu’elle serait sans ces grains. Cela impacte donc la valeur de la perméabilité. La perméabilité de la pâte utilisée dans la modélisation du mortier devrait donc être inférieure à celle obtenue expérimentalement en l’absence de grains de sable, ce qui rendrait nécessaire l’utilisation d’une perméabilité d’interface dans le modèle et serait donc en adéquation avec le modèle mécanique.

## Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats expérimentaux obtenus sur les propriétés de transport des matériaux cimentaires secs. Tout d’abord pour la pâte de ciment, où nous avons pu mesurer la porosité avec deux techniques différentes. Des essais de perméabilité en régime quasi-permanent ont permis de déterminer la perméabilité des pâtes et mortiers testés. Nous avons ainsi pu observer un phénomène de fermeture irréversible de microfissures dues au séchage. Une approche micromécanique du phénomène de transport a permis d’estimer la perméabilité de ces échantillons. Le concept de perméabilité d’interface a ainsi été introduit, pendant pour le transport de la raideur d’interface pour la mécanique. Pour finir, de nouveau une question

se pose concernant le passage de l'échelle de la pâte au mortier (voir 2.5.3). La perméabilité mesurée sur la pâte est-elle utilisable comme donnée d'entrée d'un schéma d'homogénéisation du mortier ou des effets de structure liés à la présence des grains de sable impactent-ils la matrice et modifient-ils alors ses propriétés ?

## Deuxième partie

# Effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires secs





## Chapitre 6

# Revue bibliographique : matériaux cimentaires et hautes températures

*Ce chapitre est une revue non exhaustive de l'effet des hautes températures sur les matériaux cimentaires. On s'intéressera notamment à l'évolution de la microstructure de ces matériaux sous de tels chargements.*

### Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Déformation thermique des matériaux cimentaires . . . . .</b>	<b>150</b>
6.1.1	Déformation thermique de la pâte de ciment . . . . .	150
6.1.2	Déformation thermique des granulats . . . . .	150
6.1.3	Déformation thermique des mortiers et bétons . . . . .	151
6.1.4	Déformation thermique transitoire . . . . .	151
<b>6.2</b>	<b>Effet de la température sur la microstructure . . . . .</b>	<b>154</b>
6.2.1	Évolution de l'espace poreux . . . . .	154
6.2.2	Comportement des hydrates vis à vis de la température . . . . .	156
6.2.3	Fissuration due au traitement thermique . . . . .	157
<b>6.3</b>	<b>Effet de la température sur les propriétés mécaniques . . . . .</b>	<b>159</b>
6.3.1	Évolution des propriétés élastiques . . . . .	159
6.3.2	Évolution de la résistance . . . . .	162
<b>6.4</b>	<b>Effet de la température sur les propriétés de transport . . . . .</b>	<b>163</b>

---

Nous présentons une vue bibliographique du comportement des matériaux cimentaires vis à vis de la température. Nous nous intéresserons d'abord aux déformations thermiques de ces matériaux. Nous étudierons ensuite les changements microstructuraux induits par la température, notamment concernant l'évolution de l'espace poreux et des hydrates. Nous finirons alors par les effets de ces changements sur les propriétés mécaniques et de transport de ces matériaux.

### 6.1 Déformation thermique des matériaux cimentaires

Les matériaux font l'objet de déformations lors d'une variation de température. La forte présence de phases hydratées rend d'autant plus sensibles les matériaux cimentaires vis à vis des hautes températures. Ces déformations thermiques sont la superposition des déformations de la pâte et des granulats. Il convient ainsi de décomposer l'effet des hautes températures sur chacune de ces phases.

#### 6.1.1 Déformation thermique de la pâte de ciment

Nous avons vu au 1.3.3 que l'augmentation de la température entraînait des départs d'eau et des phénomènes de déshydratation. Ces mécanismes contribuent à la déformation thermique de la pâte. On observe sur la figure 6.1 qu'il y a une première phase de dilatation positive, jusqu'à environ  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , suivie d'une forte contraction, quasi-linéaire dans la gamme de température considérée dans ce travail. Par ailleurs la vitesse de montée en température et le temps de

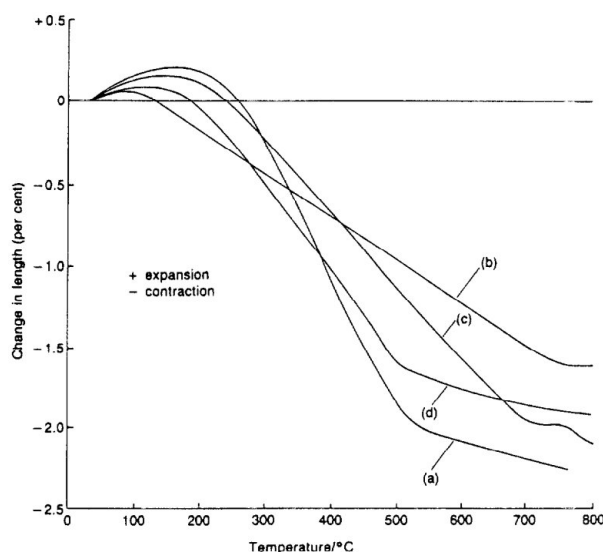


FIGURE 6.1 – Déformation thermique de diverses pâtes de ciment [38].

maintien à une température donnée influe sur le comportement de la pâte. Ainsi [38] situe le changement de comportement dilatant/contractant vers  $150\text{--}200\text{ }^{\circ}\text{C}$  pour une vitesse de chauffe inférieure à  $10^{\circ}\text{C}/mn$ , et plutôt vers  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  pour des vitesses de l'ordre de  $35^{\circ}\text{C}/mn$ . Nous nous poserons plus tard la question de l'évolution de cette dilatation après traitement thermique.

#### 6.1.2 Déformation thermique des granulats

Les granulats subissent eux aussi une dilatation thermique (figure 6.2). Toutefois les granulats ont un coefficient de dilatation thermique positif et relativement monotone, malgré des différences suivant leur nature.

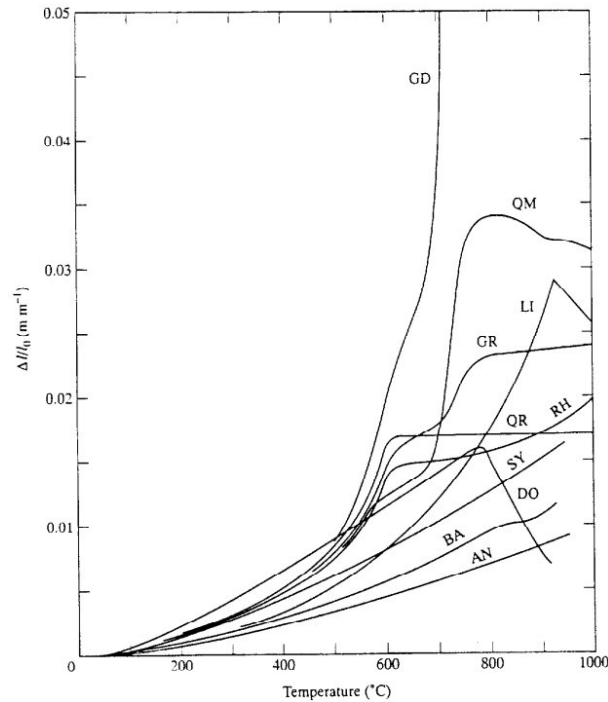


FIGURE 6.2 – Déformation thermique de diverses roches (Geller, 1962 cité dans [72]). AN : Anorthosite; BA : Basalt; DO : Dolomite; GD : Granodiorite; GR : Granite; LI : calcaire; QM : Quartz Monzonite; QR : Quartz; RH : Rhyolite; SY : Syenite.

### 6.1.3 Déformation thermique des mortiers et bétons

Les composites cimentaires tels les mortiers et bétons sont ainsi composés de granulats se dilatant thermiquement dans une matrice pâte de ciment qui se contracte à partir de  $150^{\circ}\text{C}$ . Que vaut alors leur coefficient de dilatation thermique ? La figure 6.3 montre que les composites subissent une déformation thermique positive et monotone [136]. Il semble que les granulats *l'emportent* sur la pâte, du fait de leur fraction volumique importante. On notera aussi sur cette figure que dans la gamme de température considérée ici, la déformation thermique des granulats est linéaire. Nous ne considérerons donc pas de variation du coefficient des grains de sable avec la température.

### 6.1.4 Déformation thermique transitoire

Nous présentons ici le concept de déformation thermique transitoire (DTT) ou fluage thermique transitoire (FTT). En effet, [43, 85, 86, 135] ont étudié la déformation thermique du béton sous chargement mécanique. Il est ainsi apparu que la déformation mesurée est supérieure à la somme de la déformation thermo-mécanique induite par les chargements thermiques et mécaniques et d'un éventuel fluage propre apparaissant à hautes températures. [78] a ainsi montré la différence d'amplitude de déformations obtenues suivant la chronologie d'application des chargements mécaniques et thermiques. Ainsi, une élévation de température sous sollicitation mécanique aboutit à des déformations plus importantes (figure 6.4). Cette déformation supplémentaire a été nommée fluage thermique transitoire. Pour des températures inférieures à  $100^{\circ}\text{C}$ , ce fluage dure plusieurs jours. Néanmoins, pour des températures supérieures, il est quasi instantané. Ce terme de fluage n'est donc pas rigoureusement adapté (cette déformation n'étant pas dépendante du temps de maintien de la sollicitation), et la nomenclature de déformation thermique transitoire est ainsi préférée. [43, 135] ont soumis des échantillons de béton à une

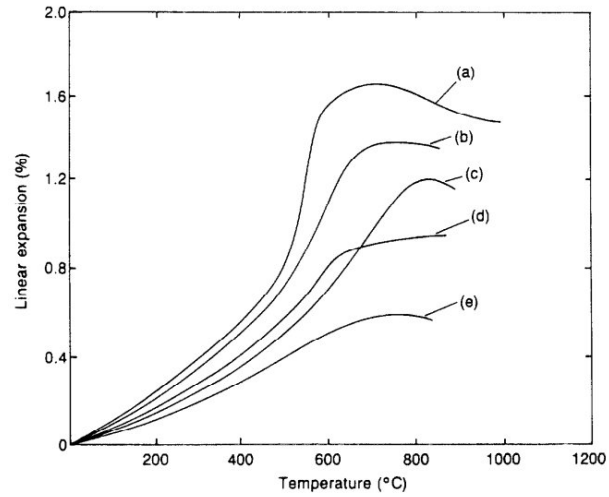


FIGURE 6.3 – Déformation thermique de bétons composés de divers granulats [136]. (a) : quartzite; (b) : grès; (c) : calcaire; (d) : basalte; (e) : laitier expansé.

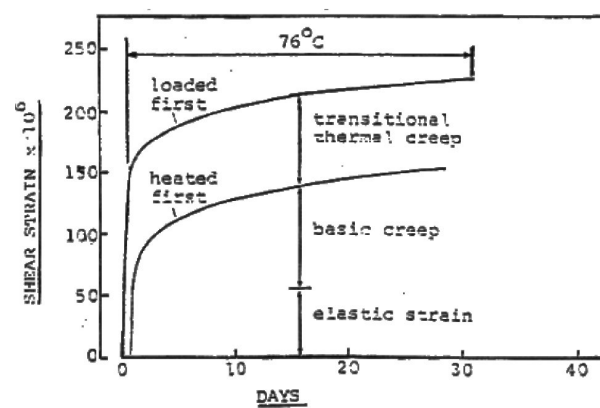


FIGURE 6.4 – Influence de la chronologie des chargements thermiques et mécaniques sur l'amplitude des déformations [78].

## 6.1 Déformation thermique des matériaux cimentaires

élévation de température pour différents niveaux de chargement mécanique (en % de la charge à rupture). Les figures 6.5 et 6.6 montrent ainsi que pour les échantillons chargés, la déformation change de signe à partir d'une certaine valeur de la température, et la rupture a lieu alors que l'échantillon se contracte fortement.

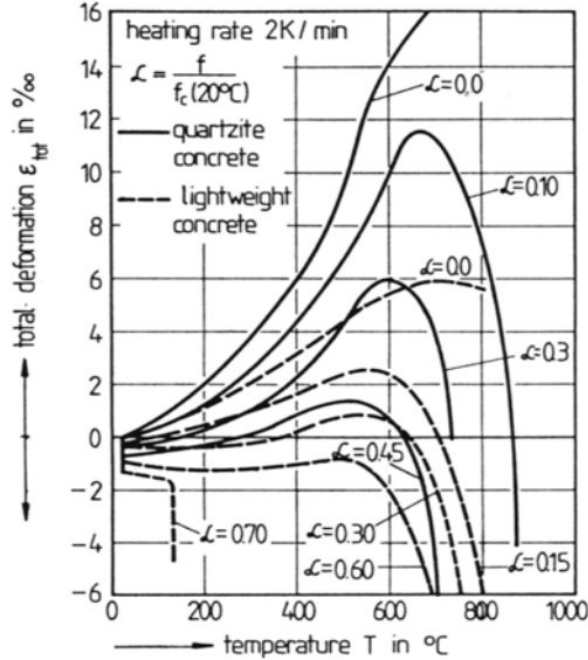


FIGURE 6.5 – Déformations d'échantillons de bétons en fonction de la température et du niveau de chargement mécanique (en % de la charge de rupture à 20°C) [135].

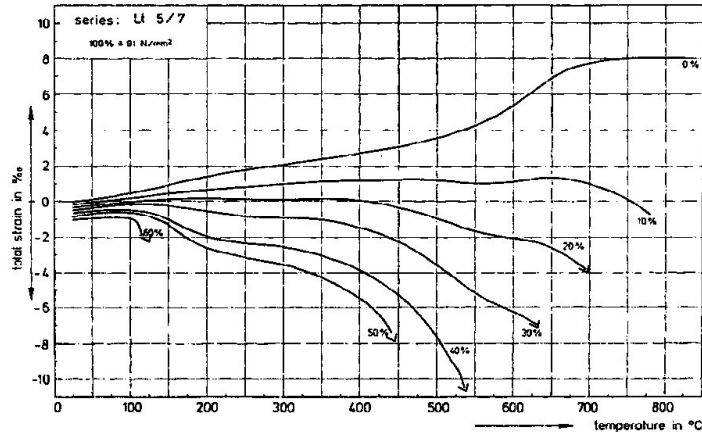


FIGURE 6.6 – Déformations d'échantillons de bétons en fonction de la température et du niveau de chargement mécanique (en % de la charge de rupture) [43].

Concernant son origine, les hypothèses sont nombreuses et il n'y a pas à notre connaissance de réponse tranchée, du fait même de la méconnaissance précise de la morphologie des CSH. [157] propose un mécanisme de couplage chimique-mécanique où la déshydratation des CSH induit des mécanismes de réarrangements chimiques semblables à des dislocations entraînant des déformations (les molécules d'eau inter-lamellaires diffusant dans l'espace capillaire), ces déformations étant amplifiées par la présence d'une charge mécanique (figure 6.7).

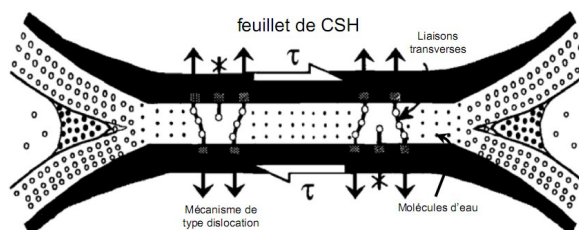


FIGURE 6.7 – Mécanisme de glissement des CSH du fait de leur déshydration et de l'application d'une charge [157].

Cette déformation thermique transitoire ne sera pas étudiée dans ce travail, étant donné que les échantillons sont chauffés dans des conditions libres de contraintes.

## 6.2 Effet de la température sur la microstructure

Nous présentons ici des données bibliographiques concernant l'effet des températures sur la microstructure, premièrement concernant l'espace poreux, puis les hydrates.

### 6.2.1 Évolution de l'espace poreux

Il existe plusieurs résultats dans la littérature concernant l'évolution de la porosité d'échantillons de composites cimentaires soumis à des hautes températures. [52, 134] ont étudié cette évolution pour des pâtes de ciments. On observe sur la figure 10.1 des résultats de MIP pour des traitements thermiques jusqu'à 300°C. Il est difficile de conclure sur un effet notable des traitements thermiques. De même la figure 6.9 montre que le traitement thermique a peu d'effet

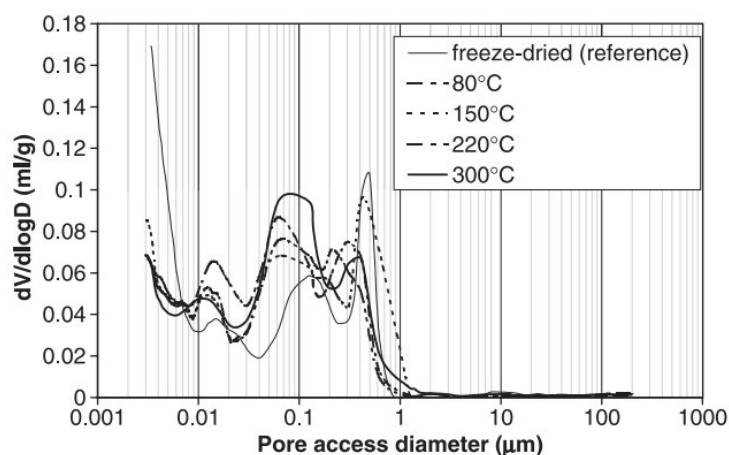


FIGURE 6.8 – Évolution de la distribution de la taille des pores de pâtes de ciment suivant leur température de traitement [52].

sur la distribution de tailles de pores, mais que la valeur de la porosité apparente augmente.

[83, 110] ont mesuré l'évolution de la porosité de bétons suite à des traitements thermiques. La figure 6.10 montre ainsi une augmentation de la porosité. De plus, le traitement thermique augmente la fraction volumique de gros pores, de diamètre micrométrique. La figure 6.11 va dans ce même sens d'une augmentation de part des plus gros pores suite au traitement thermique.

Ces résultats semblent donc montrer une augmentation de la porosité suite à des traitements thermiques ainsi que l'augmentation de la part des gros pores. Il convient de se souvenir que ce

## 6.2 Effet de la température sur la microstructure

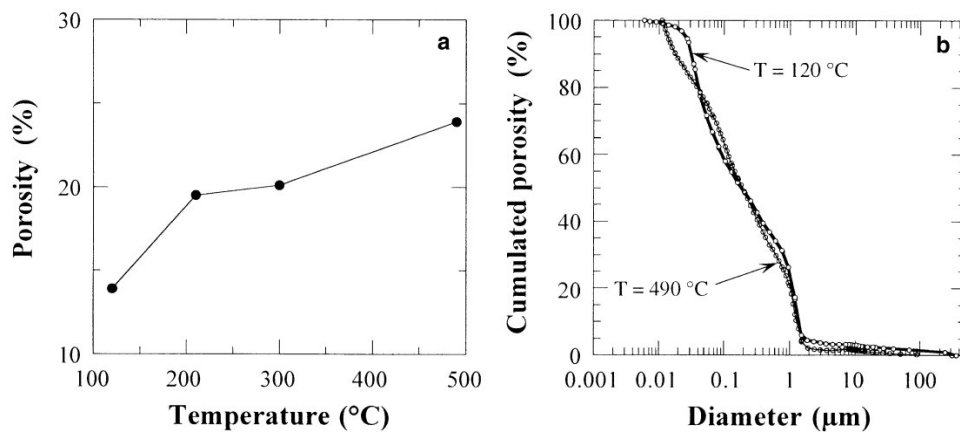


FIGURE 6.9 – Évolution de la porosité et de la distribution de la taille des pores de pâtes de ciment alumineux suivant leur température de traitement [134].

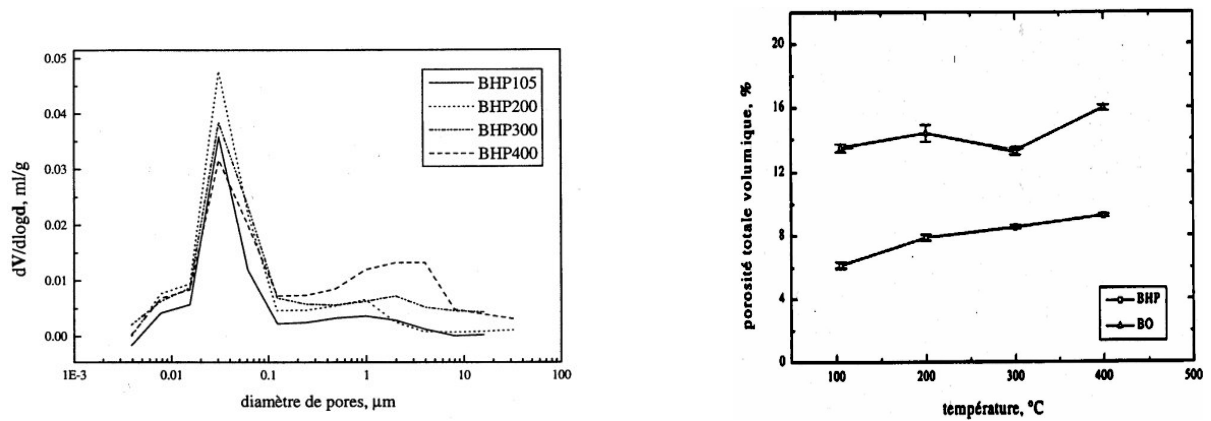


FIGURE 6.10 – Évolution de la porosité et de la distribution de la taille des pores de Bétons Hautes Performances suivant la température de traitement [83].

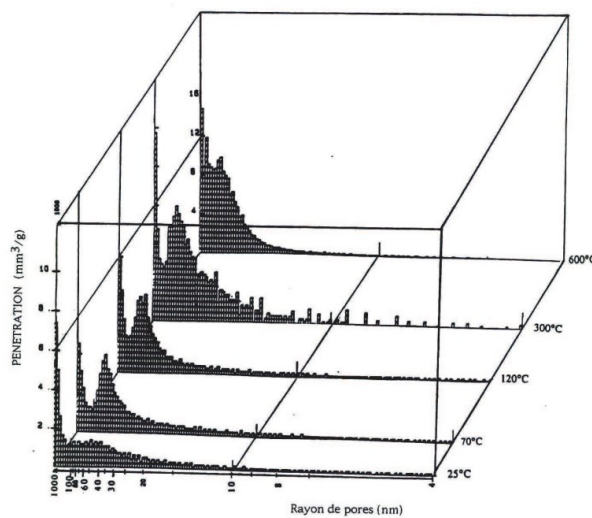


FIGURE 6.11 – Évolution de la distribution de la taille des pores de bétons suivant leur température de traitement [110].



sont souvent des résultats de MIP, et que les fortes pressions utilisées impactent le matériau, surtout après que celui-ci ait subi un fort traitement thermique. Par ailleurs, cette mesure reste une mesure apparente. La porosité connectée peut en effet augmenter sans que la porosité totale n'ait été modifiée.

## 6.2.2 Comportement des hydrates vis à vis de la température

En vue d'une modélisation micromécanique, il est nécessaire de connaître le comportement des principaux hydrates de la pâte vis à vis des hautes températures utilisées ici ( $< 400^{\circ}\text{C}$ ). On peut observer sur la figure 1.30 ce comportement.

### Effet des températures sur les sulfoaluminates

Comme décrit au Chapitre 1, l'ettringite se déshydrate pour des températures entre  $50$  et  $110^{\circ}\text{C}$  [73, 165, 166]. Elle perd 11 à 13 molécules d'eau par unité de formule chimique pour se transformer en meta-ettringite. Ses paramètres de maille varient donc, avec des dimensions de maille de  $a = b = 1,123\text{ nm}$  et  $c = 2,145\text{ nm}$  à température ambiante diminuant en  $a = b = 0,85\text{ nm}$  et  $c = 1,06\text{ nm}$ . Il y a donc une contraction anisotrope de ces hydrates due au départ des molécules d'eau avec une forte contraction suivant la direction  $c$ , l'axe des aiguilles d'ettringite. De plus, ce processus peut être réversible pour des températures de  $55\text{-}95^{\circ}\text{C}$  pour

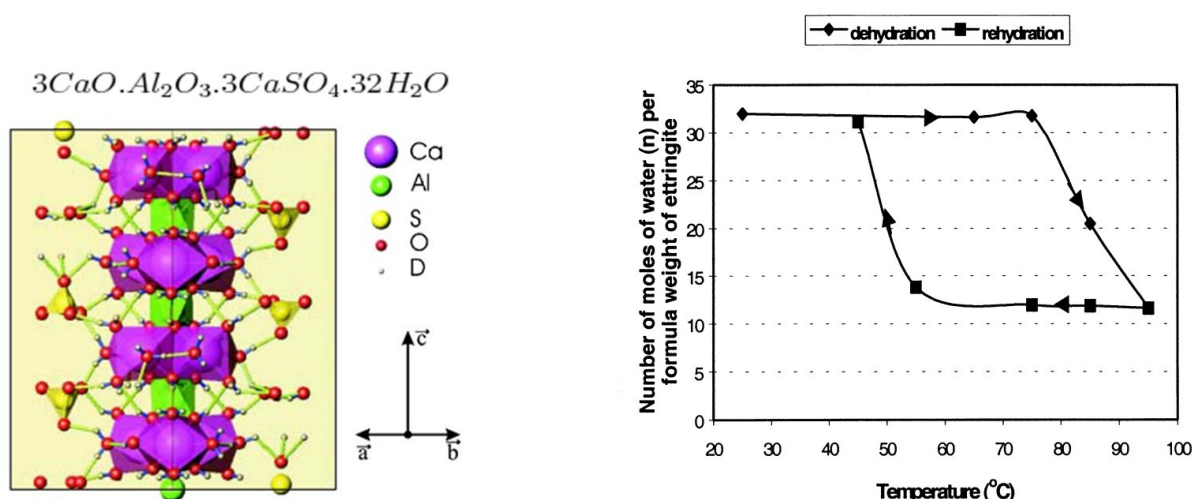


FIGURE 6.12 – Comportement de l'ettringite avec la température. A gauche, maille de l'ettringite [73]. A droite, évolution du nombre de molécules d'eau suivant la température d'exposition [165].

de très faibles pressions d'eau (30-400 Torr) [165]. Étant donné que l'état de référence ici est de  $60^{\circ}\text{C}$ , il se peut qu'elle soit déjà décomposée. Sinon, du fait des incertitudes sur le comportement des sulfoaluminates vis à vis de la température, nous négligerons ici l'effet de la déshydratation de ces hydrates.

### Effet des températures sur la portlandite

La portlandite a une morphologie hexagonale compacte. Son comportement à hautes températures est donné par [161]. On a déjà vu au Chapitre 1 qu'elle se décompose à  $450^{\circ}\text{C}$ ; elle ne se décompose donc pas ici dans la gamme de température utilisée. Par contre, elle est le siège d'une expansion thermique que [161] a quantifié par des essais de diffraction de neutron. Ainsi il a été mis en évidence un comportement dilatométrique anisotrope (facteur d'anisotropie de

## 6.2 Effet de la température sur la microstructure

4,5 et une dilatation maximale selon la normale aux feuillets hexagonaux). Les variations des paramètres de maille sont alors donnés par :

$$\begin{aligned} a &= 3,5876 + 4,2339.10^{-5}T \\ c &= 4,8303 + 2,5800.10^{-4}T \end{aligned} \quad (6.1)$$

Ici nous avons modélisé les hydrates de portlandite par des sphères. Nous avons donc négligé son anisotropie géométrique, nous négligerons l'anisotropie de sa dilatation pour retenir le coefficient de dilatation thermique obtenu par la mesure de la variation de volume :  $\alpha(T) = \alpha_0 + \alpha_1 T$  avec  $\alpha_0 = 5,966.10^{-5}K^{-1}$  et  $\alpha_1 = 3,333.10^{-8}K^{-2}$ . C'est donc un coefficient de dilatation dépendant de la température.

### Effet des températures sur les CSH

Finalement nous présentons le comportement des hydrates CSH vis à vis des températures considérées. Lors de l'interprétation du raidissement observé après  $200^\circ C$  pour la pâte, la déshydratation des CSH sur la gamme de température considérée avait été mentionnée. C'est d'ailleurs ce qui a justifié le choix de ces températures. [67] a réalisé des essais de diffraction de rayons X (DRX) sur des CSH de synthèse tobermoritiques de différents rapports C/S pour étudier l'évolution de la distance interlamellaire ( $d_i$ ) en fonction de la température. On observe ainsi que cette distance, initialement de  $14 \text{ \AA}$  passe rapidement (autour de  $50^\circ C$ ) à  $11 \text{ \AA}$  et qu'elle diminue continument jusqu'à  $400^\circ C$  où elle vaut  $9 \text{ \AA}$ . Cela équivaut entre  $50$  et  $400^\circ C$  à une contraction perpendiculairement aux feuillets de  $18 \%$ , ce qui est considérable. On peut notamment

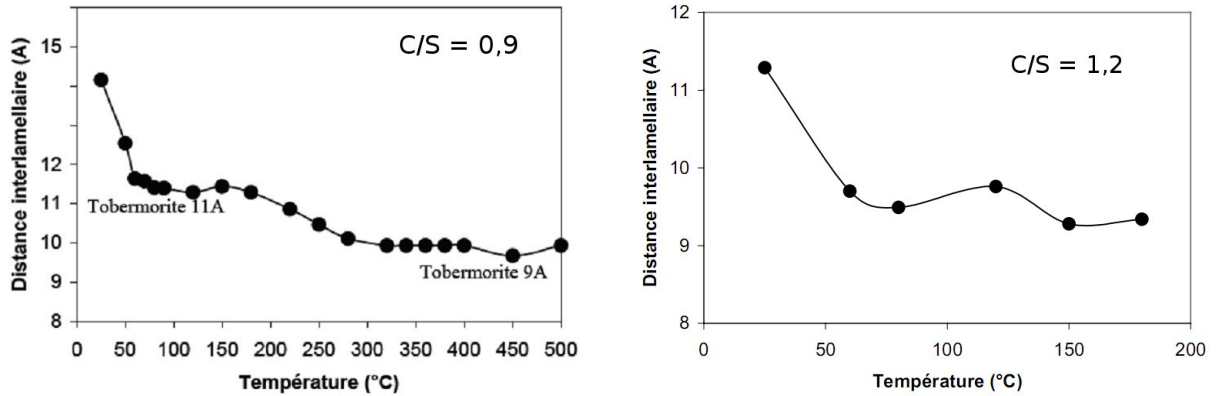


FIGURE 6.13 – Évolution de la distance interlamellaire d'un CSH de synthèse en fonction de la température et du rapport C/S [67].

remarquer une zone stable entre  $60$  et  $150^\circ C$  puis une contraction au delà (voir figure 6.14). Par ailleurs, des simulations moléculaires [115] ont étudié l'effet d'une déshydratation des CSH sur sa raideur en enlevant des molécules d'eau à l'espace interlamellaire. Le module d'Young de la particule peut alors être estimé à  $65 \text{ GPa}$  pour  $d_i = 14 \text{ \AA}$  et à  $89 \text{ GPa}$  pour  $d_i = 11 \text{ \AA}$ . Il apparaît donc que la température a pour effet de déshydrater la particule de CSH, ce qui induit une contraction et un raidissement de cette dernière. Ce résultat peut se retrouver aussi dans l'effet du séchage sur les matériaux argileux.

### 6.2.3 Fissuration due au traitement thermique

Les traitements thermiques ont un impact fort sur la microstructure des matériaux cimentaires. Ils vont en effet entraîner des contraintes importantes dues aux incompatibilités de déformations thermiques des différentes phases. Cela va induire de la fissuration. On distinguera

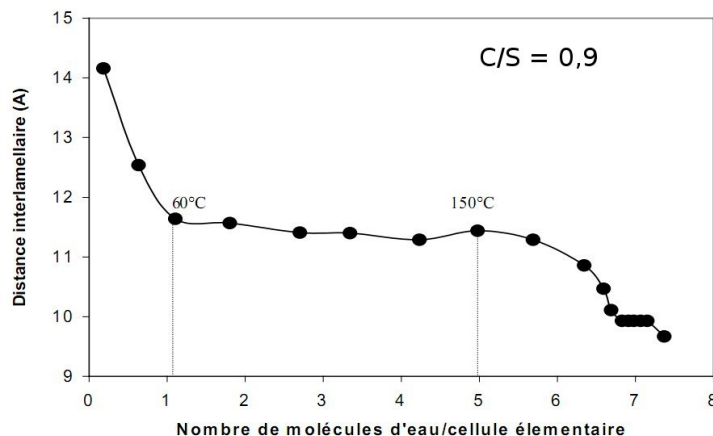


FIGURE 6.14 – Évolution de la distance interlamellaire d'un CSH de synthèse C/S 0,9 en fonction de la température [67].

alors deux types de fissuration : une microfissuration diffuse liée à ces hétérogénéités de comportements thermo-mécaniques, et une fissuration engendrée par des gradients thermiques forts et entraînant des phénomènes d'écaillage en surface des éléments.

### Microfissuration

La température induit la création de microfissures liées aux hétérogénéités de comportements thermiques. Cette microfissuration est notamment visible dans l'évolution de la porosité apparente avec la température. On a vu plus haut que la porosité apparente augmente, tout comme la taille de certains pores. Cela peut s'expliquer par la création de fissures qui connectent des pores initialement occlus ou disjoints. Reste la question de la localisation de ces fissures. Elles sont à chercher aux points où les hétérogénéités de propriétés thermiques sont les plus fortes. Pour la pâte de ciment, entre les hydrates de différentes natures, ou entre hydrates ayant des comportements anisotropes (contraction des CSH), ou entre hydrates et anhydres. A l'échelle du béton, les interfaces pâte-granulats sont les plus sollicitées, conduisant à des fissures dans la matrice cimentaire ou à l'interface des granulats (voir figure 6.15).

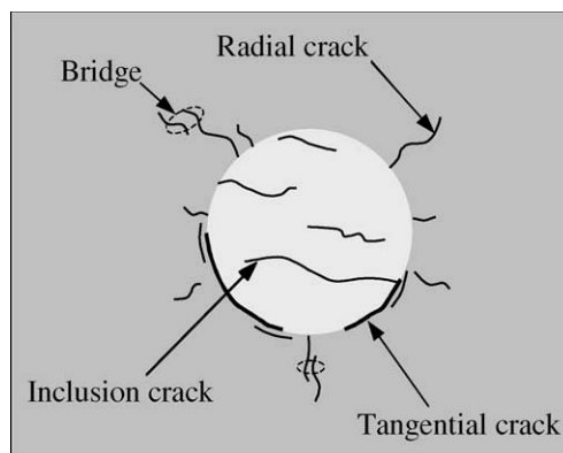
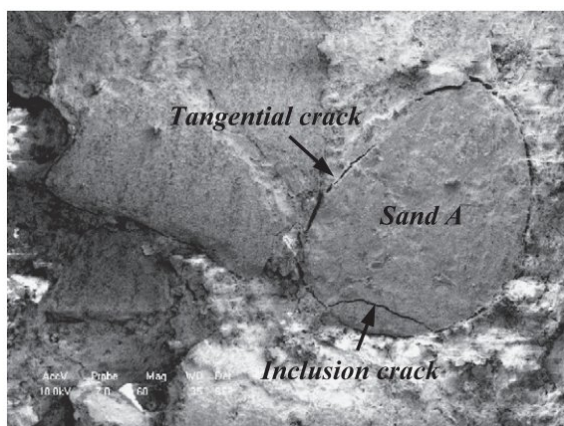


FIGURE 6.15 – Microfissuration à l'échelle d'un mortier [57].

### Écaillage

Nous pouvons distinguer la microfissuration due aux différences de propriétés thermo-mécaniques de l'écaillage, liée à la cinétique de montée en température et à la présence de gradients thermiques, notamment visible lors des incendies dans des structures en béton. En effet l'écaillage a plusieurs causes possibles ; deux hypothèses sont notamment avancées (figure 6.16) :

- une augmentation importante de la pression de vapeur dans les pores [9, 72, 76].
- des contraintes fortes liées à la dilatation thermique empêchée de la surface du béton exposée au feu [14, 157].

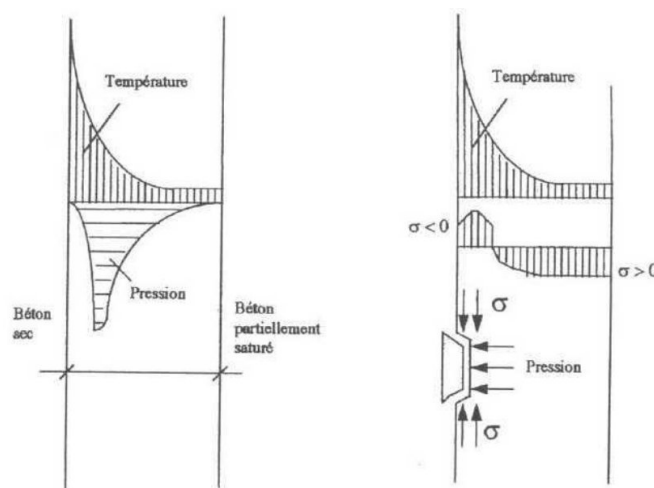


FIGURE 6.16 – Sources de l'écaillage. A gauche, un pic de pression dans les pores [9]. A droite, contraintes de compression dues à une dilatation thermique empêchée [14].

Aussi plusieurs paramètres vont influencer l'ampleur de cet écaillage. Selon la première hypothèse, une faible perméabilité, une faible porosité ou une forte teneur en eau vont accentuer le phénomène. Concernant la seconde hypothèse, une forte cinétique de chauffe, la présence de contraintes mécaniques accentuent le phénomène. Dans ce travail, la montée en température est suffisamment lente pour considérer le solide comme isotherme. Ce phénomène d'écaillage ne sera donc pas pris en compte, ni l'effet de l'augmentation de la pression de pores.

## 6.3 Effet de la température sur les propriétés mécaniques

Nous avons étudié les changements microstructuraux dus aux hautes températures, il convient de noter l'effet de ces changements sur les propriétés mécaniques.

### 6.3.1 Évolution des propriétés élastiques

Commençons par l'effet des températures sur les propriétés élastiques, en particulier l'évolution du module d'Young. Il y a eu de nombreuses études sur l'effet d'un incendie notamment sur les propriétés mécaniques. Encore une fois, cette situation cumule l'effet de déshydratation et de gradient thermique. Nous présentons ici en particulier les résultats pour des cinétiques de chauffage *faibles*. Les mesures sont ensuite faites à température ambiante, ce sont donc des propriétés résiduelles, et non des mesures sous température. [52] a mesuré le module d'Young et le coefficient de Poisson pour des échantillons de pâtes de ciment CEM I de 80 mm de haut et 40 mm de diamètre chauffées jusqu'à 300 °C à 0,1 °C/mn. Il a ainsi obtenu une diminution

constante du module d'Young ; le coefficient de Poisson commence lui par diminuer jusqu'à 200 °C puis ré-augmente (figure 6.17).

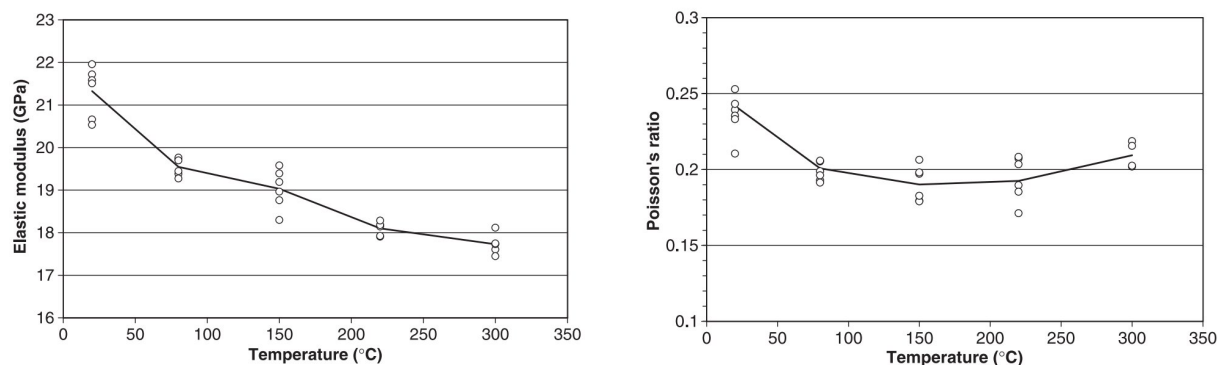


FIGURE 6.17 – Évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson de pâtes de ciment CEM I exposées jusqu'à 300 °C [52].

[112] a étudié l'effet de températures jusqu'à 400 °C sur des pâtes de ciments de différents e/c et avec ou sans ajout. La cinétique de chauffage utilisée est de 2 °C/mn et les échantillons sont des barreaux de 1,5 x 10 x 55 mm<sup>3</sup>. Il a ainsi obtenu une diminution continue du module d'Young pour cette gamme de températures (figure 6.18).

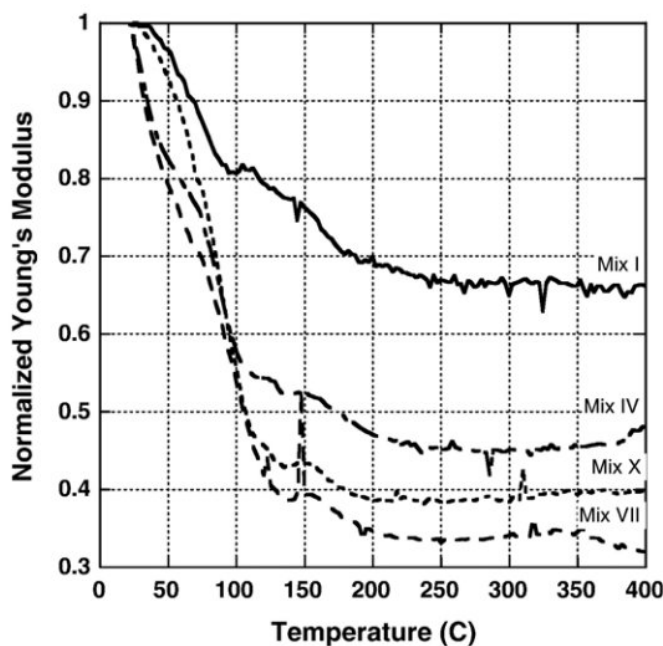


FIGURE 6.18 – Évolution du module d'Young de pâtes de ciment jusqu'à 400 °C. [112].

[57] a mesuré également le module d'Young de pâtes de ciment et de mortiers exposées jusqu'à 500°C. La vitesse de montée en température est de 4 °C/mn pour des barreaux de 20 x 10 x 3 mm<sup>3</sup>. On observe sur la figure 6.19 une diminution de la raideur de ces deux matériaux. Cette diminution est toutefois bien plus marquée pour le mortier (figure 6.19).

[70] a étudié l'effet de hautes températures sur le module d'Young de Bétons Hautes Performances (BHP), en comparant la valeur obtenue sous température et la valeur résiduelle. On observe ainsi une diminution continue de la raideur du béton (figure 6.20).

On observe donc un endommagement des matériaux cimentaires suite à l'exposition à des

### 6.3 Effet de la température sur les propriétés mécaniques

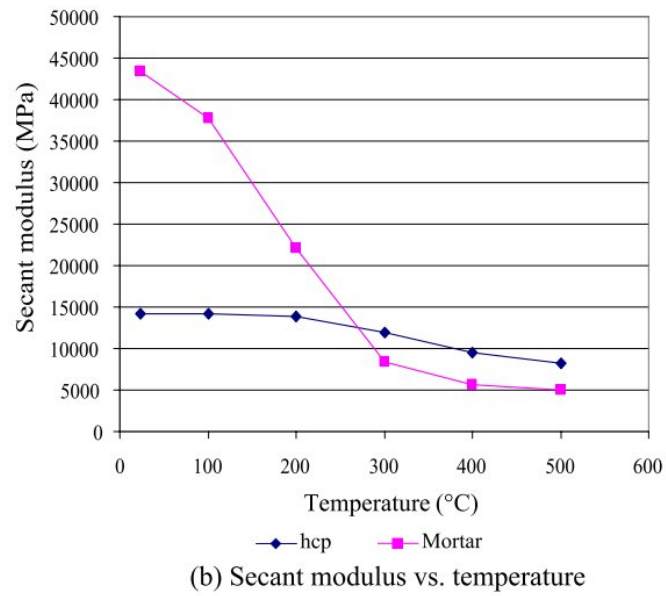


FIGURE 6.19 – Évolution du module d'Young de pâtes de ciment et mortiers jusqu'à 500 °C. [57].

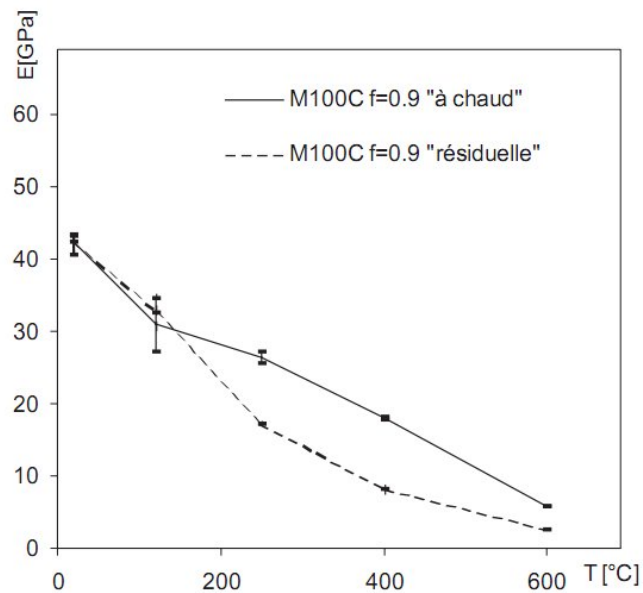


FIGURE 6.20 – Évolution du module d'Young de BHP jusqu'à 600 °C [70].

hautes températures, pour les cinétiques de chauffe et les dimensions d'échantillons évoquées. Il semble de plus que l'endommagement est plus prononcé sur les composites cimentaires tels le béton et le mortier.

### 6.3.2 Évolution de la résistance

La résistance est un autre indicateur mécanique de l'endommagement thermique. Ainsi la résistance des matériaux cimentaires soumis à des hautes températures diminue fortement. [57] a observé la diminution de la résistance en compression simple pour des pâtes de ciment traitées jusqu'à 300 °C (figure 6.21). [33] s'est intéressé à l'évolution de la résistance en compression de

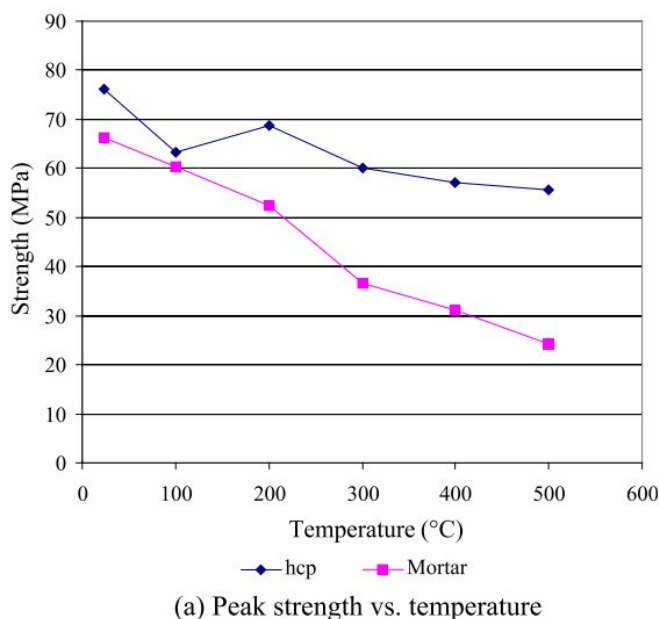


FIGURE 6.21 – Évolution de la résistance en compression de pâtes de ciment CEM I exposées jusqu'à 300 °C [57].

mortiers hautes performances jusqu'à 900 °C. De même il obtient une diminution quasi-linéaire de cette résistance (figure 6.22).

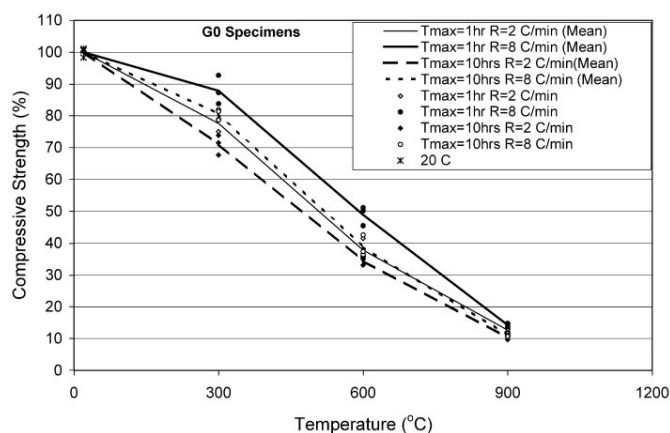


FIGURE 6.22 – Évolution de la résistance en compression de mortiers hautes performances traitées jusqu'à 900 °C [33].



## 6.4 Effet de la température sur les propriétés de transport

[75] a étudié l'évolution de la résistance de pâtes de ciment  $e/c = 0,28$  exposées jusqu'à  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  et l'effet d'ajouts tels des cendres volantes ou des fumées de silice. Ainsi, la figure 6.23 montre que la résistance pour la pâte sans ajout  $M.0$  diminue avec la température. Cette diminution reste faible jusqu'à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  puis chute à  $600$  et  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Par ailleurs, l'ajout de cendres volantes contrecarre cet effet jusqu'à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , entraînant même une augmentation de la résistance dans cet intervalle de températures.

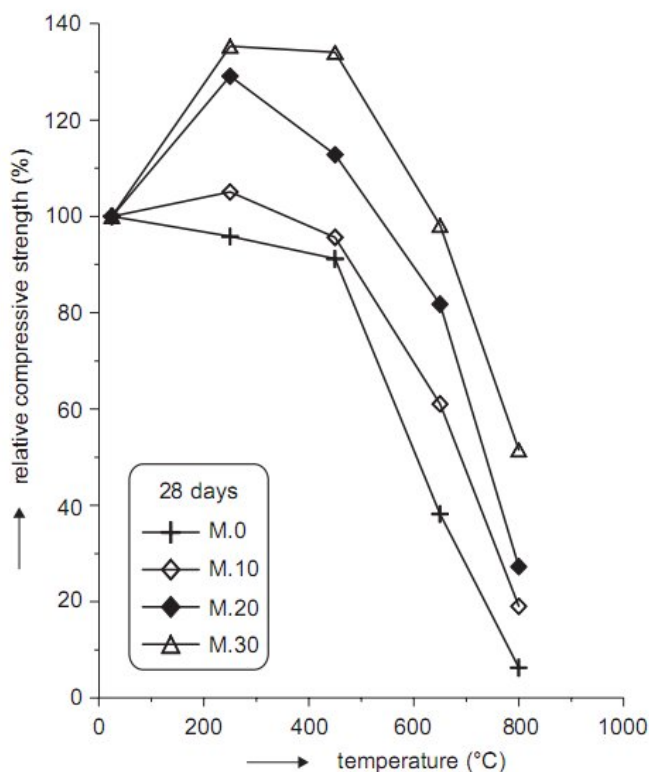


FIGURE 6.23 – Évolution de la résistance en compression de pâtes de ciment avec et sans ajout de cendres volantes traitées jusqu'à  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  [33].

On pourra donc retenir que la résistance des matériaux cimentaires, sans ajout, diminue avec la température de traitement.

## 6.4 Effet de la température sur les propriétés de transport

Nous avons présenté au 6.2 l'évolution de l'espace poreux suite aux traitements thermiques. Ainsi cette évolution va impacter les propriétés de transport, et notamment la perméabilité, objet de ce travail. La perméabilité d'une microstructure dépend en effet de paramètres tels la taille et le volume des pores, leur connectivité, leur tortuosité, ... Aussi les traitements thermiques vont augmenter la valeur de la perméabilité. Ainsi [94] a étudié l'effet de traitements jusqu'à  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$  sur la perméabilité apparente de mortiers, en comparaison à un état de référence sec à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . La figure 6.24 montre ainsi que la perméabilité évolue peu à  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  mais qu'elle augmente à  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ , devenant alors sensible au confinement.

[110] a mesuré l'effet de températures jusque  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  sur des bétons. De même (figure 6.25) la perméabilité augment à  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  et change d'ordre de grandeur pour des températures supérieures ( $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

L'endommagement thermique et l'évolution de l'espace poreux liés aux hautes températures



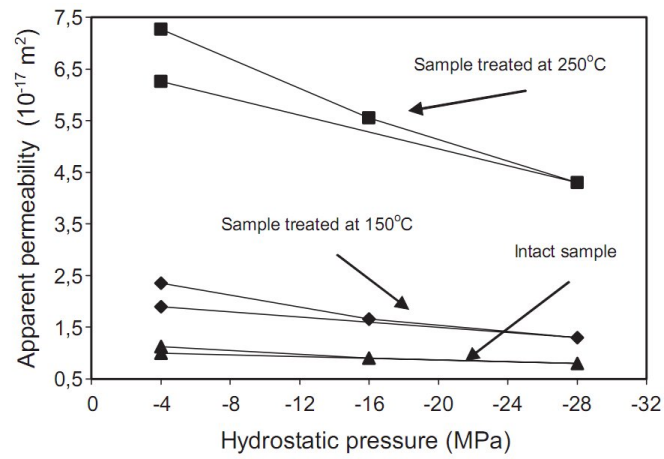


FIGURE 6.24 – Évolution de la perméabilité apparente de mortier traités jusqu'à 250 °C [94].

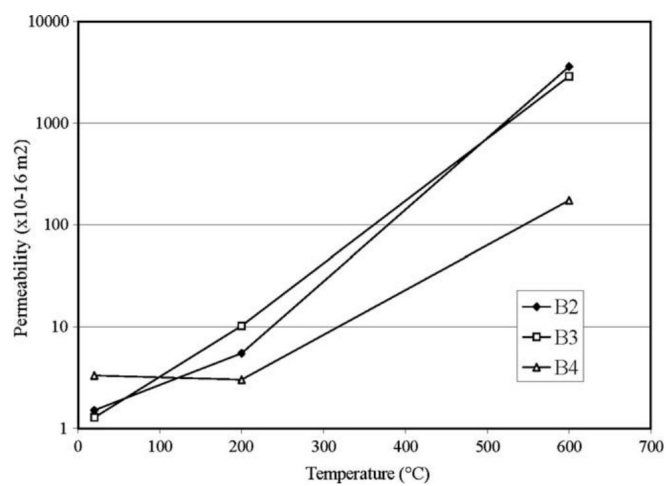


FIGURE 6.25 – Évolution de la perméabilité de bétons traités jusqu'à 600 °C [110].

(augmentation de la taille de pores, fissures connectant les pores, ...) a pour effet d'augmenter la perméabilité.

### Conclusions du chapitre

Ce chapitre présente une vue non exhaustive de l'effet des hautes températures sur les matériaux cimentaires. Nous avons présenté les déformations thermiques des constituants de ces matériaux. Nous avons ainsi vu que la pâte se contractait fortement à partir de 150 °C. Pour comprendre cette déformation thermique, il est nécessaire d'étudier l'effet de la déshydratation de ses phases, et en particulier des CSH. Aussi, les hétérogénéités de comportements vont aboutir à un endommagement du matériau. Cet endommagement est visible sur l'évolution des propriétés mécaniques et de transport des composites cimentaires. Pour la suite, étant donné la faible cinétique de chauffe, nous considérerons que la température des différentes phases est homogène. Nous ne nous sommes donc pas intéressés à l'évolution des propriétés thermiques des différents éléments, tels la conductivité thermique ou la chaleur spécifique, mais avons focalisé l'étude sur les effets induits par les hétérogénéités de propriétés mécaniques et dilatométriques. La problématique des matériaux cimentaires exposés au feu avec des gradients thermiques fort ne fait pas partie de ce travail. De nombreux travaux existent toutefois sur le sujet, et le lecteur peut notamment se reporter aux rapports du NIST ou aux travaux du comité scientifique RILEM.



## Chapitre 7

# Approche micromécanique de l'endommagement thermique des matériaux hétérogènes

*Ce chapitre présente une approche micromécanique de l'endommagement thermique des matériaux hétérogènes. Il posera en effet la question des mécanismes d'endommagement thermiques de microstructures telles que les polycristaux et les composites à matrice en vue de comprendre l'endommagement thermique des matériaux cimentaires observé expérimentalement.*

### Sommaire

---

<b>7.1</b>	<b>Homogénéisation en thermo-élasticité . . . . .</b>	<b>168</b>
7.1.1	La notion d'état résiduel . . . . .	168
7.1.2	Propriétés thermiques homogénéisées . . . . .	169
7.1.3	Contraintes résiduelles thermiques . . . . .	169
<b>7.2</b>	<b>Endommagement thermique uni-échelle du polycristal . . . . .</b>	<b>171</b>
7.2.1	Approche micromécanique de l'endommagement des interfaces . . . . .	171
7.2.2	Dilatation thermique microscopique isotrope . . . . .	177
7.2.3	Modèle à interfaces imparfaites : inclusion équivalente dans un cas isotrope	179
7.2.4	Dilatation thermique microscopique anisotrope . . . . .	180
<b>7.3</b>	<b>Endommagement thermique uni-échelle du composite à matrice . .</b>	<b>183</b>
7.3.1	Matériau homogène fissuré . . . . .	183
7.3.2	Composite à matrice : fissures matricielles . . . . .	186
7.3.3	Composite à matrice : dégradation des interfaces des inclusions . . . . .	188
7.3.4	Composite à matrice : mécanismes d'endommagement conjoints . . . . .	189
<b>7.4</b>	<b>Endommagement thermique multi-échelle . . . . .</b>	<b>189</b>
7.4.1	Endommagement des interfaces des phases du polycristal . . . . .	189
7.4.2	Endommagement matriciel à l'échelle des inclusions . . . . .	190
7.4.3	Endommagement conjoint . . . . .	190

---

## 7.1 Homogénéisation en thermo-élasticité

Nous nous intéressons ici à l'homogénéisation du comportement thermo-élastique des matériaux hétérogènes. Précédemment nous nous sommes principalement intéressés dans le cas de l'élasticité linéaire à des états initiaux dits naturels (contraintes et déformations nulles initialement). Cela n'était plus le cas quand nous nous avons étudié le comportement poro-élastique homogénéisé afin d'estimer le coefficient de Biot du milieu effectif : on a en effet appliqué une précontrainte aux phases en présence (contrainte non nulle à déformation nulle) et on a pu notamment exploiter le théorème de Levin (voir 2.4.6). On s'intéresse ici au cas où il existe un champ de déformations initiales (ou prédéformations) sans chargement mécanique. On les nommera *déformations libres*  $\varepsilon_{(\underline{x})}^L$ . Ce terme s'applique dans le cadre du problème d'Eshelby à un champ de déformation non mécanique qui, s'il est appliqué de manière homogène à une phase prise isolément, n'engendre pas de contraintes. Les déformations thermiques en font partie. On se reportera à l'expression 2.45 pour relier déformations libres macroscopique et microscopiques.

### 7.1.1 La notion d'état résiduel

Avant de continuer, tout comme ce qui a été fait au 2.4.6, nous étudions le problème  $\mathcal{P}$  (voir figure 7.1) en conditions de contraintes homogènes au contour d'un milieu hétérogène avec déformation libre. Le problème  $\mathcal{P}$  peut se décomposer en deux problèmes  $\mathcal{P}'$  et  $\mathcal{P}''$ . Nous portons

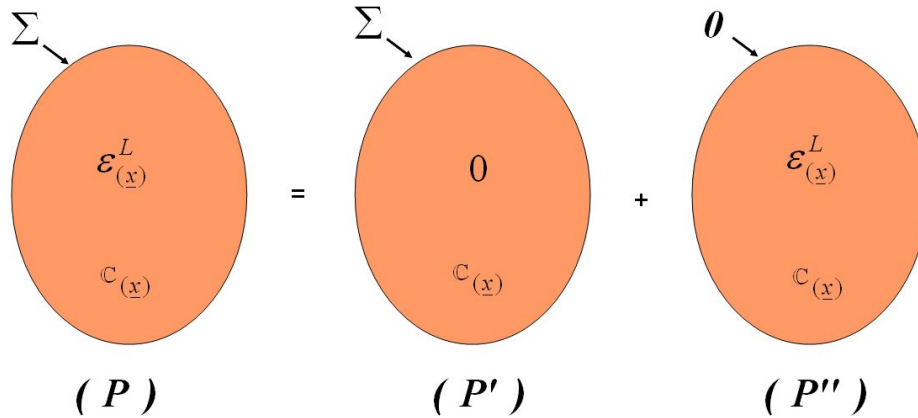


FIGURE 7.1 – Décomposition du problème  $\mathcal{P}$  en deux sous-problèmes  $\mathcal{P}'$  et  $\mathcal{P}''$ .

notre attention ici davantage au problème  $\mathcal{P}''$  où la contrainte au contour est nulle et où l'on impose des déformations libres locales. Nous introduisons ici les contraintes et déformations résiduelles  $\sigma_{(\underline{x})}^r$  et  $\varepsilon_{(\underline{x})}^r$  correspondant aux champs de contraintes et de déformations solutions du problème  $\mathcal{P}''$ . Ces contraintes sont en équilibre ( $\text{div} \sigma_{(\underline{x})}^r = 0$ ) et de moyenne nulle ( $\overline{\sigma_{(\underline{x})}^r} = 0$ ). Les déformations résiduelles  $\varepsilon_{(\underline{x})}^r$  sont les déformations totales du problème  $\mathcal{P}''$ . Elles sont ainsi compatibles et de moyenne égale à la déformation libre macroscopique  $\mathbf{E}^L$ . Elles sont la somme des déformations libres (à priori non compatibles) et de déformations élastiques liées au champ de contraintes résiduelles  $\mathbb{S} : \sigma_{(\underline{x})}^r$ .

On rappelle la relation 2.45 :  $\mathbf{E}_L = \overline{\varepsilon_L} : \mathbb{B}$ . Les déformations libres étant en général incompatibles, elles engendrent donc des contraintes résiduelles qui permettent de rétablir la compatibilité des déformations. Ces contraintes résiduelles, si elles sont suffisamment grandes, peuvent alors endommager le matériau.

### 7.1.2 Propriétés thermiques homogénéisées

Nous envisageons ici le cas où les déformations libres introduites plus haut sont des déformations thermiques. Notant  $\alpha_i$  le tenseur des dilatations thermiques de la phase  $i$ , la déformation thermique de cette phase engendrée par une variation de température  $\Delta T$  à partir d'un état de référence s'écrit :

$$\varepsilon_i^{th} = \alpha_i \Delta T \quad (7.1)$$

La loi de comportement thermo-élastique s'écrit alors :

$$\sigma_i = \mathbb{C}_i : (\varepsilon_i - \varepsilon_i^{th}) = \mathbb{C}_i : \varepsilon_i - \kappa_i \Delta T \quad (7.2)$$

où  $\mathbb{C}_i$  est le tenseur d'élasticité de la phase  $i$  et  $\kappa_i = \mathbb{C}_i : \alpha_i$  son tenseur des coefficients de chaleur latente. Ainsi  $-\kappa_i \Delta T$  a le sens d'une précontrainte thermique. La déformation thermique macroscopique est  $\mathbf{E}^{th} = \alpha_{hom} \Delta T$ . La loi de comportement macroscopique s'écrit :

$$\Sigma = \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E} - \kappa_{hom} \Delta T \quad (7.3)$$

En exploitant les relations précédemment introduites reliant déformations libres macroscopiques et microscopiques, ainsi que précontraintes macroscopiques et microscopiques, on peut écrire :

$$\alpha_{hom} = \overline{\alpha : \mathbb{B}} \quad (7.4)$$

$$\kappa_{hom} = \overline{\kappa : \mathbb{A}} \quad (7.5)$$

où  $\mathbb{A}$  et  $\mathbb{B}$  sont les tenseurs de localisation introduits dans le problème d'homogénéisation avec état initial naturel. Une fois leur expression définie par le schéma d'homogénéisation considéré, les propriétés thermiques homogénéisées sont directement données par les relations précédentes.

### 7.1.3 Contraintes résiduelles thermiques

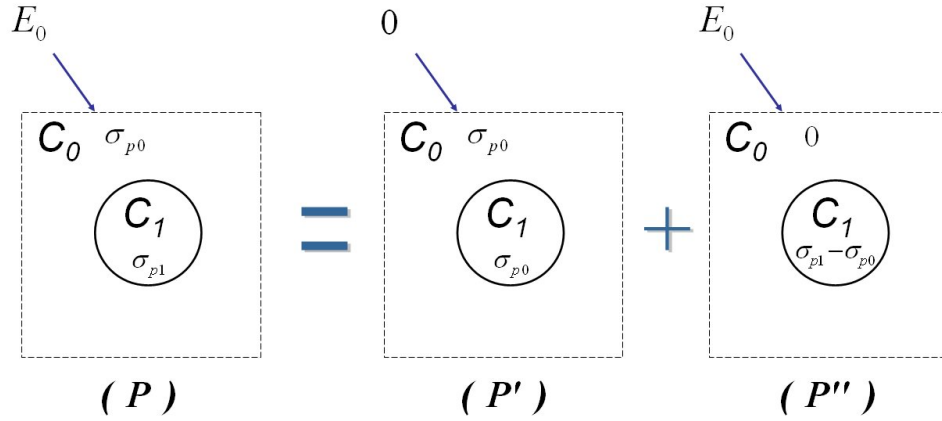
Comme présenté plus haut, l'existence de déformations libres engendre des contraintes résiduelles. Dans le cas de déformations libres d'origine thermiques  $\varepsilon^{th}$ , nous les appellerons contraintes thermiques  $\sigma^{th}$ . Il convient alors de calculer ces contraintes, ou du moins la moyenne de ces contraintes par phase. Pour cela on peut utiliser deux méthodes :

- exploiter la solution du problème d'Eshelby avec précontrainte ou déformation libre.
- mener un calcul direct basé sur les relations de moyenne des déformations et des contraintes.

#### Estimation à partir de la solution du problème d'Eshelby

La première méthode permet en effet d'estimer la contrainte résiduelle dans chaque phase soumise à une déformation ou une précontrainte thermique. Pour cela nous considérons le problème d'Eshelby de la figure 7.2 où l'inclusion 1 et le milieu de référence 0 sont le siège d'une précontrainte, respectivement  $\sigma_{p1}$  et  $\sigma_{p0}$ , et où l'on impose des conditions au contour homogènes en déformation  $\mathbf{E}_0$ . On peut décomposer le problème  $\mathcal{P}$  en deux sous-problèmes :

- le problème  $\mathcal{P}'$  où la déformation au contour est nulle et où toutes les phases sont le siège de la précontrainte  $\sigma_{p0}$ .
- le problème  $\mathcal{P}''$  où l'on impose la déformation  $\mathbf{E}_0$  au contour. Pour respecter la superposition des deux problèmes, le milieu de référence est sans précontrainte alors que l'inclusion fait l'objet d'une précontrainte  $\sigma_{p1} - \sigma_{p0}$ .


 FIGURE 7.2 – Décomposition du problème  $\mathcal{P}$  en deux sous-problèmes  $\mathcal{P}'$  et  $\mathcal{P}''$ .

Le problème  $\mathcal{P}'$  admet comme solution pour chaque phase une déformation nulle et une contrainte égale à la précontrainte  $\sigma_{p0}$ . La solution du problème  $\mathcal{P}''$  exploite la solution du problème d'Eshelby. Nous sommes en effet ramenés dans ce problème au problème d'Eshelby avec déformations homogènes au contour et une précontrainte égale à  $\sigma_p = \sigma_{p1} - \sigma_{p0}$ . La déformation dans l'inclusion s'écrit alors :

$$\varepsilon_1'' = \mathbf{E}_0 - \mathbb{P} : (\delta \mathbb{C} : \varepsilon_1'' + \sigma_p) = (\mathbf{1} + \mathbb{P} : \delta \mathbb{C})^{-1} : (\mathbf{E}_0 - \mathbb{P} : \sigma_p) \quad (7.6)$$

La déformation totale dans l'inclusion 1 sera alors la somme des déformations  $\varepsilon_1' = 0$  et  $\varepsilon_1''$ . On pourra alors déterminer la contrainte  $\sigma_1$  dans l'inclusion comme somme des contraintes  $\sigma_1' = \sigma_{p0}$  et  $\sigma_1'' = \mathbb{C}_1 : \varepsilon_1'' + \sigma_{p1} - \sigma_{p0}$ . La déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$  sera reliée à la déformation macroscopique grâce à la règle de moyenne sur les déformations. Par ailleurs, la précontrainte considérée sera la précontrainte thermique introduite plus haut.

### Calcul direct basé sur les règles de moyenne

On peut essayer d'exploiter les règles de moyennes pour les déformations et les contraintes afin d'exprimer les contraintes thermiques. Nous avons en effet :

$$\varepsilon = \varepsilon^{th} + \mathbb{S} : \sigma^{th} \quad (7.7)$$

et  $\mathbf{E}^{th} = \bar{\varepsilon} = \alpha_{hom} \Delta T$ . On a donc :

$$\mathbf{E}^{th} = \bar{\varepsilon}^{th} + \overline{\mathbb{S} : \sigma^{th}} \quad (7.8)$$

avec  $\bar{\varepsilon}^{th} = \bar{\alpha} \Delta T$ . On a donc :

$$\overline{\mathbb{S} : \sigma^{th}} = (\alpha_{hom} - \bar{\alpha}) \Delta T \quad (7.9)$$

Par ailleurs les contraintes résiduelles thermiques étant auto-équilibrées ( $\bar{\sigma} = 0$ ), et considérant  $n$  phases élastiquement isotropes, les moyennes des contraintes thermiques par phase  $\bar{\sigma}_r^{th}$  vérifient le système suivant :

$$\begin{cases} \sum_r f_r \mathbb{S}_r : \bar{\sigma}_r^{th} = (\alpha_{hom} - \bar{\alpha}) \Delta T \\ \sum_r f_r \bar{\sigma}_r^{th} = 0 \end{cases} \quad (7.10)$$

Ce système d'équations ne suffit donc pas en général pour déterminer les contraintes thermiques. Toutefois, dans le cas d'un biphasé, ce système pourra être résolu.

### Application aux matériaux biphasés

Nous étudions ici la situation d'un biphasé. Le système précédent se réécrit comme suit :

$$\begin{cases} (1 - f_2) \mathbb{S}_1 : \overline{\sigma_1^{th}} + f_2 \mathbb{S}_2 : \overline{\sigma_2^{th}} &= (\alpha_{hom} - \bar{\alpha}) \Delta T \\ (1 - f_2) \overline{\sigma_1^{th}} + f_2 \overline{\sigma_2^{th}} &= 0 \end{cases} \quad (7.11)$$

où  $f_2$  est la fraction volumique de la phase 2. La résolution du système précédent donne alors :

$$(1 - f_2) \overline{\sigma_1^{th}} = -f_2 \overline{\sigma_2^{th}} = (\mathbb{S}_1 - \mathbb{S}_2)^{-1} : (\alpha_{hom} - \bar{\alpha}) \Delta T \quad (7.12)$$

Comme attendu, les contraintes thermiques dépendent donc de l'écart des propriétés élastiques des phases ainsi que de l'hétérogénéité des propriétés dilatométriques.

Maintenant que nous disposons de méthodes de calcul des contraintes thermiques (en exploitant la solution d'Eshelby pour une microstructure de plus de 2 phases ou par calcul direct dans le cas d'un biphasé), nous pouvons étudier l'endommagement thermique de différentes microstructures.

## 7.2 Endommagement thermique uni-échelle du polycristal

Nous nous intéressons dans un premier temps à l'endommagement thermique d'un polycristal constitué de sphères solides élastiques isotropes et de pores sphériques. La phase solide a un tenseur de dilatation thermique  $\alpha_s$  qui sera isotrope dans un premier temps, puis anisotrope. Nous envisagerons un endommagement à l'interface de ces sphères solides et nous nous placerons donc dans le cadre des modèles d'inclusions à interfaces imparfaites présentés au 2.4.4. Un possible endommagement de la phase solide ne sera donc pas pris en compte.

### 7.2.1 Approche micromécanique de l'endommagement des interfaces

La relation 7.4 permet d'exprimer la dilatation thermique homogénéisée. Auparavant il convient de se poser la question des propriétés thermiques de l'interface. Faut-il conférer à l'interface une dilatation thermique et prendre ainsi en compte un comportement thermo-élastique de l'interface comme ce qui a été fait en poro-élasticité ?

#### Comportement thermo-élastique de l'interface

Dans le cadre des interfaces à discontinuité de déplacement, et comme ce qui a été fait pour la prise en compte de l'ITZ dans le mortier (voir 2.4.4), on peut voir l'interface comme un milieu 3D d'épaisseur infinitésimale  $h$  dont les propriétés élastiques sont données par A.1. Nous représenterons ainsi ici l'interface comme un milieu 3D très fissuré (ses propriétés étant altérées par rapport au cas de l'adhérence parfaite). Notant  $N$  le nombre de fissures par unité de volume et  $a$  la longueur de ces fissures, nous utiliserons le paramètre de fissuration  $\epsilon = Na^3$  pour rendre compte de l'état de fissuration [46] (voir 7.3.1). Ici  $\epsilon \gg 1$ . Nous décidons que la produit  $N.h$  reste constant. On peut donc écrire :

$$\epsilon = \frac{\delta}{h} \quad (7.13)$$

avec  $\delta = \text{cte}$ . Le schéma de Mori-Tanaka pour une matrice isotrope (de modules élastiques  $k$  et  $\mu$  et de dilatation thermique isotrope  $\alpha_0 = \alpha_0 \mathbf{1}$ ), fissurée avec des fissures aplaties, permet d'estimer le module de compressibilité homogénéisé comme :

$$k_{hom} = \frac{k}{1 + Q\epsilon} \quad (7.14)$$



avec  $Q$  une fonction adimensionnée de  $k$  et  $\mu : Q = \frac{4k(3k+4\mu)}{3\mu(3k+\mu)}$ . Il vient :

$$k_{hom} = \frac{k}{1 + Q \frac{\delta}{h}} \underset{h \rightarrow 0}{\sim} \frac{kh}{\delta Q} \quad (7.15)$$

On a donc bien une élasticité pour l'interface comme couche 3D fissurée sous la forme  $Kh$  avec  $K$  en  $Pa.m^{-1}$  comme ce qui a été utilisé au A.1. Nous allons donc utiliser pour l'interface le modèle de milieu multi-fissuré pour décider de son comportement thermique. Le coefficient thermique homogénéisé de la couche 3D est :

$$\alpha_{hom} = \overline{\alpha} : \mathbb{B} = \alpha_0 : \mathbb{B}^0 \quad (7.16)$$

On obtient donc (étant donné que seule la matrice est le siège de contraintes  $\mathbb{B}^0 = \mathbb{1}$ ) :

$$\alpha_{hom} = \alpha_0 \quad (7.17)$$

Comme ce qui a été fait par [131] (voir A.1) considérons l'interface comme couche plane tridimensionnelle élastique isotrope d'épaisseur infinitésimale  $h$  soumise à une variation de température  $\tau$ . La déformation de la couche est alors  $\varepsilon = \alpha_{hom} \tau \mathbf{1} = \alpha_0 \tau \mathbf{1}$  (on la considère libre de se déformer). La solution en déplacement s'écrit :  $\underline{\xi} = \alpha_0 \tau \underline{x}$ . On peut alors exprimer le saut de déplacement dans la direction 3 par :

$$[\underline{\xi}] = \underline{\xi}_{(x_3=h)} - \underline{\xi}_{(x_3=0)} = \alpha_0 \tau h \underline{e}_3 \quad (7.18)$$

si bien que la discontinuité de déplacement vaut  $\alpha_0 \tau h \underset{h \rightarrow 0}{\rightarrow} 0$ . Cela est bien cohérent avec le coefficient de chaleur latente homogénéisé de cette couche fissurée :

$$\kappa_{hom} = 3 \alpha_0 k_{hom}(\epsilon) \underset{h \rightarrow 0}{\rightarrow} 0 \quad (7.19)$$

Ce développement a été fait en utilisant le schéma de Mori-Tanaka, il s'étend à tout schéma étant donné que  $\alpha_{hom} = \alpha_0$  ( $\mathbb{B}^0 = \mathbb{1}$  car pour les fissures  $\mathbb{B}^f = 0$ ). Pour conclure, il n'y a pas lieu d'introduire une contribution de l'interface à la dilatation thermique ; cette interface n'aura de rôle que par la discontinuité de déplacement induite par la déformation thermique des phases.

### Loi d'endommagement de l'interface

Pour la suite, nous aurons aussi besoin d'une loi d'endommagement de l'interface. Nous nous inspirerons ici des développements de modèle d'endommagement de zones cohésives [11, 104–106] souvent utilisés en simulation numérique pour simuler une propagation de fissures interfaciales [25, 51, 159]. Nous nous placerons dans le cas particulier d'une loi bilinéaire [3]. Par ailleurs, pour simplifier l'écriture, nous noterons  $\xi$  la discontinuité de déplacement à l'interface  $[\underline{\xi}]$ . Ainsi à partir de ce modèle (voir figure 7.3), on aura :

$$\begin{cases} T_i = K_i^0 \xi_i & \text{si } \xi \leq \xi_i^* \\ T_i = T_{i_{max}} \frac{\xi_i^c - \xi_i}{\xi_i^c - \xi_i^*} & \text{si } \xi > \xi_i^* \end{cases} \quad (7.20)$$

$i$  prend les valeurs  $n$  et  $t$  pour les composantes normales et tangentielles respectivement. On peut par exemple exprimer  $K_n$  sachant que  $T_n = K_n \xi_n$ .

$$\begin{cases} K_n = K_n^0 & \text{si } \xi \leq \xi_n^* \\ K_n = K_n^0 (1 - d_n) & \text{si } \xi > \xi_n^* \end{cases} \quad (7.21)$$

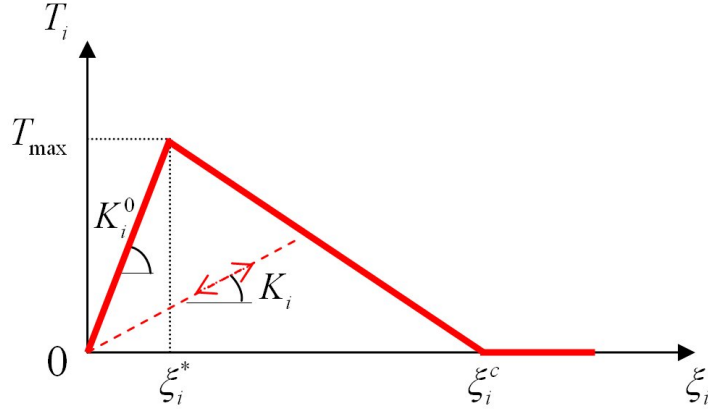


FIGURE 7.3 – Loi bilinéaire du modèle d’endommagement de zones cohésives. L’indice  $i$  peut prendre la valeur  $n$  (pour normal) ou  $t$  (pour tangentiel).  $T_{max}$  correspond à la valeur maximale admissible de la composante  $i$  du vecteur contrainte.  $\xi_i^*$  est la valeur maximale avant endommagement de la composante  $i$  du saut de déplacement à l’interface.  $\xi_i^c$  est la valeur critique de cette composante qui correspond à une décohésion totale à l’interface. Enfin  $K_i^0$  est la raideur  $i$  initiale.

avec :

$$d_n = \frac{\xi_n^c}{\xi_n} \frac{\xi_n - \xi_n^*}{\xi_n^c - \xi_n^*} \quad (7.22)$$

On a ici l’expression de la variable d’endommagement de la raideur normale à l’interface. Bien entendu, les mêmes expressions s’appliquent pour les composantes tangentielles de l’interface en remplaçant l’indice  $n$  par  $t$ . On différenciera deux modes d’endommagement :

- le mode I correspondant à une décohésion partielle ou totale due à une discontinuité de déplacement normal à l’interface. Seules les valeurs positives de cette discontinuité seront susceptibles d’endommager l’interface telles le mécanisme précédemment décrit.
- le mode II correspondant à une décohésion liée à des glissements tangents dus à des discontinuités de déplacements tangentiels à l’interface. Le diagramme présenté plus haut est alors symétrique par rapport à l’origine.

Reste maintenant à caractériser l’évolution de cet endommagement. Pour cela nous évoquons deux approches, une première portant sur un critère énergétique, l’autre basée sur un critère en contraintes.

### Critère énergétique

L’approche énergétique utilisée se base sur la mécanique de la rupture élastique linéaire afin de prédire la variation d’une variable d’endommagement en calculant un taux de restitution de l’énergie. Considérant un volume  $\Omega$  dont la loi de comportement est donnée par  $\Sigma = \mathbb{C} : \mathbf{E} - \kappa \Delta T$ , l’énergie libre de ce système sera notée  $\Psi$ . On aura, en thermo-élasticité :

$$\Psi = \Psi(\mathbf{E}, \Delta T, D) \quad (7.23)$$

où  $D$  est la variable d’endommagement considérée. On peut alors, à partir de l’inégalité de Clausius-Duhem, calculer la dissipation intrinsèque volumique par :

$$\mathcal{D} = \frac{1}{|\Omega|} \dot{W} - \dot{\Psi} = \Sigma : \dot{\mathbf{E}} - S \dot{T} - \dot{\Psi} \quad (7.24)$$

où  $W$  est le travail mécanique apporté au système et  $S$  l'entropie de ce système. Ainsi :

$$\dot{\Psi}(\mathbf{E}, \Delta T, D) = \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{E}} : \dot{\mathbf{E}} + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial D} \dot{D} \quad (7.25)$$

On a donc :

$$\mathcal{D} = \left( \Sigma - \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{E}} \right) : \dot{\mathbf{E}} - \left( S + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \right) \dot{T} - \frac{\partial \Psi}{\partial D} \dot{D} \quad (7.26)$$

Dans le cas où il n'y a pas d'évolution de la variable d'endommagement ( $\dot{D} = 0$ ) la réponse du système est élastique et la dissipation est donc nulle, ce qui se traduit par :

$$\begin{cases} \Sigma &= \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{E}} \\ S &= -\frac{\partial \Psi}{\partial T} \end{cases} \quad (7.27)$$

On reconnaît bien les équations d'état de la thermo-mécanique. Et finalement la dissipation se met sous la forme :

$$\mathcal{D} = -\frac{\partial \Psi}{\partial D} \dot{D} \quad (7.28)$$

On voit alors qu'une progression de l'endommagement ( $\dot{D} > 0$ ) est associée à une dissipation d'énergie, et que la force thermodynamique motrice dans ce processus est le taux de restitution de l'énergie  $\mathcal{G}$  :

$$\mathcal{D} = \mathcal{G} \dot{D} \quad \text{avec} \quad \mathcal{G} = -\frac{\partial \Psi}{\partial D} \quad (7.29)$$

Il y aura alors progression de l'endommagement lorsque  $\mathcal{G}$  atteint une énergie critique notée  $\mathcal{G}_c$  qui est une propriété du matériau caractérisant l'énergie irréversiblement dissipée par la propagation de l'endommagement. On aura alors :

$$(\mathcal{G}_{(D)} - \mathcal{G}_c) \dot{D} = 0 ; \quad \dot{D} \geq 0 \quad (7.30)$$

et ainsi :

$$\dot{D} > 0 \implies \mathcal{D} = \mathcal{G}_c \dot{D} \quad (7.31)$$

Ainsi la relation 7.30 indique qu'il ne peut y avoir de propagation de l'endommagement que si  $\mathcal{G}_{(D)} = \mathcal{G}_c$ . Et si, à partir de ce stade, après une progression  $\dot{D} dt$  de l'endommagement, on obtient  $\mathcal{G}_{(D+\dot{D}dt)} < \mathcal{G}_c$ , alors la progression s'interrompt .

Nous appliquerons donc dans la suite cette approche et la variable d'endommagement  $D$  pourra par exemple être le paramètre de fissuration  $\epsilon$  ou la discontinuité du déplacement normal à l'interface  $\xi_n$ .

### Utilisation du critère énergétique

Nous appliquons ici l'approche énergétique précédente au problème de l'endommagement thermique du polycristal considéré. On considérera un endommagement selon un mode unique (mode I ici). Il serait toutefois possible de prendre en compte un endommagement suivant les deux modes présentés plus haut, avec ou sans couplage entre ces modes. La variable d'endommagement considérée est donc la composante normale de la discontinuité de déplacement à l'interface  $\xi_n$ . On aura :

$$\mathcal{D} = -\frac{\partial \Psi}{\partial \xi_n} \dot{\xi}_n = -\frac{\partial \Psi}{\partial K_n} \dot{K}_n \quad (7.32)$$

## 7.2 Endommagement thermique uni-échelle du polycristal

Pour des raisons pratiques nous utiliserons cette dernière expression. Il faut donc utiliser l'expression de l'énergie thermo-élastique du milieu [37, 130]. L'expression locale (dans la phase solide) est donnée par :

$$\psi = \sigma_0 : \varepsilon - \rho_0 s_0 \tau + \frac{1}{2} \varepsilon : \mathbb{C} : \varepsilon - \kappa : \varepsilon \tau - \frac{1}{2} c \tau^2 \quad (7.33)$$

et la variation d'entropie est donnée par :

$$s - s_0 = c \tau + \kappa : \varepsilon \quad (7.34)$$

où  $\tau$  est l'écart de température par rapport à l'état de référence,  $s_0$  et  $\sigma_0$  sont l'entropie et la contrainte initiales du milieu,  $\rho_0$  sa masse volumique. Le paramètre  $c$  est égal à  $C_T/T_0$  où  $T_0$  est la température initiale du système et  $C_T$  sa chaleur volumique (ou capacité thermique volumique) à déformation constante. Ainsi, pour une variation de température  $\tau$ , la chaleur reçue par le système par unité de volume quand on maintient les déformations constantes vaut  $C_T \tau$ .

Les expressions précédentes ont leur pendant macroscopique (ou homogénéisé) :

$$\Psi = \Sigma_0 : \mathbf{E} - \rho_{hom} S_0 \tau + \frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C}_{hom} : \mathbf{E} - \kappa_{hom} : \mathbf{E} \tau - \frac{1}{2} c_{hom} \tau^2 \quad (7.35)$$

et :

$$S - S_0 = c_{hom} \tau + \kappa_{hom} : \mathbf{E} \quad (7.36)$$

La dissipation sera ainsi calculée sur l'expression macroscopique de l'énergie thermo-élastique selon la relation 7.32. On dérivera alors  $\mathbf{E}$ ,  $\mathbb{C}_{hom}$ ,  $\kappa_{hom}$  et  $c_{hom}$  en fonction de la raideur  $K_n$ . On aura donc besoin de ces expressions suivant le schéma considéré. Avant cela, on peut calculer directement la dissipation volumique liée à l'endommagement microscopique de l'interface supposé. En effet, au niveau de l'interface, on peut écrire :

$$\mathcal{D} = \dot{w}_{int} - \dot{\psi}_{int} \quad (7.37)$$

où  $w_{int} = \underline{T} \cdot \llbracket \underline{\xi} \rrbracket$  et avec :

$$\psi_{int} = \frac{1}{2} \llbracket \underline{\xi} \rrbracket^T \cdot \mathbf{K} \cdot \llbracket \underline{\xi} \rrbracket \quad (7.38)$$

Ainsi :

$$\dot{\psi}_{int} = \llbracket \underline{\xi} \rrbracket^T \cdot \mathbf{K} \cdot \llbracket \dot{\underline{\xi}} \rrbracket + \frac{1}{2} \llbracket \dot{\underline{\xi}} \rrbracket^T \cdot \mathbf{K} \cdot \llbracket \underline{\xi} \rrbracket \quad (7.39)$$

$\mathbf{K}$  étant un tenseur d'ordre 2 symétrique, on reconnaît  $\underline{T} = \llbracket \underline{\xi} \rrbracket^T \cdot \mathbf{K}$ . Finalement :

$$\mathcal{D} = -\frac{1}{2} \xi_n^2 \frac{dK_n}{d\xi_n} \dot{\xi}_n \quad (7.40)$$

En utilisant l'expression 7.22 on obtient :

$$\mathcal{D} = \frac{1}{2} \frac{T_{n_{max}} \xi_n^c}{\xi_n^c - \xi_n^*} \dot{\xi}_n = \mathcal{G}_c \dot{\xi}_n \quad (7.41)$$

$\xi_n$  étant la variable d'endommagement on tire le taux de restitution critique de la relation 7.31. On remarque que, dans le cadre du modèle de la figure 7.3, ce taux est constant et indépendant de l'état d'endommagement. Il y aura donc endommagement de l'interface pour :

$$-\frac{\partial \Psi}{\partial \xi_n} = -\frac{\partial \Psi}{\partial K_n} \frac{dK_n}{d\xi_n} = \frac{1}{2} \frac{T_{n_{max}} \xi_n^c}{\xi_n^c - \xi_n^*} \quad (7.42)$$

### Capacité thermique homogénéisée

Nous avons vu dans la relation 7.35 que la capacité thermique du milieu homogénéisé intervenait au travers du coefficient  $c_{hom}$ . Ce même coefficient intervient dans la variation de l'entropie pour une variation de température  $\tau$  à déformation constante (voir la relation 7.36). Nous avons donc besoin de déterminer son expression en fonction des caractéristiques microscopiques du milieu en vue de dériver son expression en fonction de  $\xi_n$  (ou  $K_n$ ). La relation 7.36 montre que  $c_{hom}\tau$  est égal à la variation d'entropie macroscopique engendrée par la variation de température  $\tau$  lorsque l'on maintient nulle la déformation macroscopique. On va donc s'intéresser à un tel chargement où l'on impose une variation de température  $\tau$  en maintenant la déformation  $\mathbf{E}$  nulle. Par ailleurs, l'entropie étant une grandeur extensive, la variation d'entropie macroscopique est égale à la moyenne directe de la variation d'entropie microscopique. Le milieu  $\Omega$  est un polycristal constitué de pores sphériques et de sphères solides (milieu  $\Omega_s$ ) dont les interfaces sont prises comme une couche 3D d'épaisseur infinitésimale  $\Omega_{int}$ . On a donc, lorsque  $\mathbf{E}$  est nul :

$$\begin{aligned} S - S_0 &= c_{hom}\tau = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega} (s - s_0) d\Omega = \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega_s} (s - s_0) d\Omega + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega_{int}} (s - s_0) d\Omega \\ &= \frac{|\Omega_s|}{|\Omega|} c_s \tau + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega_s} \boldsymbol{\kappa}_s : \varepsilon d\Omega + \frac{|\Omega_{int}|}{|\Omega|} c_{int} \tau + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega_{int}} \boldsymbol{\kappa}_{int} : \varepsilon d\Omega \end{aligned} \quad (7.43)$$

avec :

$$\begin{aligned} |\Omega_{int}| &= h |\partial\Omega_s| \xrightarrow{h \rightarrow 0} 0 \\ \boldsymbol{\kappa}_{int} &\xrightarrow{h \rightarrow 0} \mathbf{0} \end{aligned} \quad (7.44)$$

La deuxième relation a été présentée plus haut (pas de propriétés thermiques de l'interface). On a alors :

$$S - S_0 = c_{hom}\tau = \frac{|\Omega_s|}{|\Omega|} c_s \tau + \frac{1}{|\Omega|} \int_{\Omega_s} \boldsymbol{\kappa}_s : \varepsilon d\Omega \quad (7.45)$$

Dans le cas d'un comportement thermique homogène,  $\int_{\Omega_s} \boldsymbol{\kappa}_s : \varepsilon d\Omega = \boldsymbol{\kappa}_s : \int_{\Omega_s} \varepsilon d\Omega$ . Il faut donc calculer les déformations dans la phase solide (les grains) pour le chargement considéré (variation de température  $\tau$  sans déformation macroscopique). Une possibilité est de résoudre le problème d'Eshelby généralisé à des sphères avec interfaces imparfaites où le milieu de référence (issu d'un schéma auto-cohérent étant donnée la nature polycristalline de la microstructure) est le siège d'une précontrainte thermique  $-\kappa_{hom}\tau$  et la phase solide d'une précontrainte  $-\kappa_s\tau$ . La résolution de ce problème permet d'exprimer la moyenne des déformations dans la phase solide  $\bar{\varepsilon}^s$ . On injecte ainsi cette expression dans l'équation précédente pour obtenir l'expression de  $c_{hom}$  :

$$c_{hom} = \frac{|\Omega_s|}{|\Omega|} \left( c_s + \boldsymbol{\kappa}_s : \frac{\bar{\varepsilon}^s}{\tau} \right) \quad (7.46)$$

On pourra alors dériver cette expression par la variable d'endommagement considérée.

### Critère en contraintes

Une deuxième méthode possible pour rendre compte de l'endommagement de l'interface notamment est de se donner un critère en contraintes. Il y aura endommagement pour  $T_i = T_c$ . On se donne alors une loi d'évolution de ses propriétés mécaniques (par exemple  $K_n$ ) en fonction du niveau de chargement (mesuré par  $\xi_n$ ). En effet on peut estimer la valeur du vecteur contrainte à l'interface en fonction d'un chargement (ici thermique), et donc la discontinuité de déplacement, et ainsi, s'étant donné la loi bilinéaire 7.21, déterminer l'évolution de  $K_n$  au fur et à mesure de

## 7.2 Endommagement thermique uni-échelle du polycristal

ce chargement. On se placera dans le cas d'une élasticité isotrope des grains et on distinguera alors deux situations :

- les grains ont une dilatation thermique isotrope : on pourra alors résoudre le problème d'Eshelby généralisé avec des sphères à interfaces imparfaites et précontrainte thermique en calculant la solution en déplacement du problème mécanique.
- les grains ont une dilatation anisotrope : la résolution directe du problème d'Eshelby n'est plus possible. On exploitera alors la solution d'Eshelby comme présenté au 7.1.3. Cela ne sera réalisé qu'après avoir introduit une inclusion équivalente permettant d'intégrer à l'élasticité de cette inclusion les composantes mécaniques de l'interface.

### 7.2.2 Dilatation thermique microscopique isotrope

Nous commençons par étudier des grains solides de dilatation thermique isotrope  $\alpha_s = \alpha_s \mathbf{1}$  et l'on appliquera les deux approches précédentes. Le schéma utilisé est le schéma auto-cohérent et les résultats obtenus pour la microstructure utilisée sont les mêmes qu'au 3.3.4 et rappelés ici :

$$\begin{cases} k_{ac} &= 4 \frac{r_s K_n k_s \mu_{ac} (1 - \varphi)}{r_s K_n (3\varphi k_s + 4\mu_{ac}) + 12k_s \mu_{ac}} \\ \mathcal{A}_K \mu_{ac}^3 + \mathcal{B}_K \mu_{ac}^2 + \mathcal{C}_K \mu_{ac} + \mathcal{D}_K &= 0 \end{cases} \quad (7.47)$$

avec  $r_s$  le rayon des grains solides,  $\varphi$  la porosité du milieu,  $k_s$  et  $\mu_s$  les modules élastiques de la phase solide isotrope et  $K_n$ ,  $K_t$  les raideurs d'interface.  $\mathcal{A}_K$ ,  $\mathcal{B}_K$ ,  $\mathcal{C}_K$  et  $\mathcal{D}_K$  sont des expressions de ces paramètres. Le module homogénéisé  $\mu_{ac}$  est donc solution d'une équation du 3<sup>e</sup> degré. Les propriétés thermiques homogénéisées sont isotropes et données par les relations 7.4 et 7.5 :

$$\begin{aligned} \alpha_{ac} &= \alpha_s \\ \kappa_{ac} &= 3 k_{ac} \alpha_s \end{aligned} \quad (7.48)$$

On remarque notamment que le coefficient thermique homogénéisé ne dépend pas des raideurs d'interface. On pourra s'interroger sur ce résultat. La capacité thermique homogénéisée (à un facteur de température initiale  $T_0$  près) est donnée par 7.46 :

$$c_{ac} = (1 - \varphi) \left( c_s + \frac{9\alpha_s^2 k_s^2 (\varphi r_s K_n + 4\mu_{ac})}{r_s K_n (3\varphi k_s + 4\mu_{ac}) + 12k_s \mu_{ac}} \right) \quad (7.49)$$

Nous nous intéresserons ici à une déformation macroscopique sphérique  $\mathbf{E} = E\mathbf{1}$  et nous étudions 2 situations. Cette déformation macroscopique sera soit prise égale à la déformation thermique homogénéisée  $\mathbf{E}^{th} = \alpha_{ac}\tau\mathbf{1} = \alpha_s\tau\mathbf{1}$  (si on laisse le système libre de contrainte), soit nulle (on bloque les déformations macroscopiques).

#### Cas du milieu libre de contrainte

La déformation macroscopique vaut  $E = \alpha_s\tau$  et l'énergie thermo-élastique s'écrit (voir relation 7.35) :

$$\Psi = -\frac{1}{2}\tau^2(9k_{ac}\alpha_s^2 + c_{ac}) \quad (7.50)$$

La dissipation volumique s'écrit :

$$\mathcal{D} = -\frac{\partial\Psi}{\partial K_n} \dot{K}_n = -\frac{1}{2}\tau^2 \left( 9\alpha_s^2 \frac{\partial k_{ac}}{\partial K_n} + \frac{\partial c_{ac}}{\partial K_n} \right) \dot{K}_n \quad (7.51)$$

$\dot{K}_n < 0$ , la dissipation sera positive et il pourra y avoir endommagement si  $-\frac{\partial \Psi}{\partial K_n} < 0$ . On modélise simplement la pâte de ciment comme un polycristal (les grains solides sont les particules élémentaires de CSH et la porosité est de 0,34, égale à la porosité totale du modèle d'hydratation moins la porosité intrinsèque de la particule de CSH). On prendra  $K_t^0 = K_n^0 = 7,3 \cdot 10^{10} \text{ GPa} \cdot \text{m}^{-1}$  pour obtenir  $E_{ac} = 15,3 \text{ GPa}$  conforme aux résultats expérimentaux. Par ailleurs la dilatation thermique de la particule de CSH sera prise égale à la contraction observée entre 150 et 400 degrés avec un passage de l'espace interlamellaire de 11 à 9 Å, soit une dilatation thermique de  $-72,7 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ . L'application numérique de l'expression précédente de la dissipation est :  $\mathcal{D} = 0,54 \cdot 10^{-7} \tau^2 \dot{K}_n$ . Cette dissipation n'est pas strictement positive (elle est donc nulle, il n'y a pas de dissipation), et le milieu ne s'endommage pas thermiquement.

Nous allons comprendre ce résultat en nous intéressant à l'approche en contraintes et en calculant la contrainte thermique dans les sphères solides. Cela revient à résoudre le problème d'Eshelby avec déformation thermique libre dans l'inclusion et dans le milieu de référence avec une contrainte nulle aux bords. Or, étant donné que la déformation thermique de la phase solide et du milieu homogénéisé sont égales ( $\alpha_{ac} = \alpha_s$ ), une solution où la contrainte est partout nulle est bien statiquement admissible. En effet, le chargement thermique, étant donné le caractère isotrope de l'élasticité, de la forme et de la dilatation thermique de la phase solide, n'engendre pas de contraintes. Un tel milieu ne s'endommage pas. La source de l'endommagement thermique se trouve donc ailleurs.

### Cas du milieu à déformations bloquées

Étudions à présent la situation où les déformations macroscopiques sont bloquées, soit  $E = 0$ . L'énergie thermo-élastique vaut alors :

$$\Psi = -\frac{1}{2} \tau^2 c_{ac} \quad (7.52)$$

On retrouve comme attendu le terme lié à la capacité thermique volumique macroscopique (exprimant la chaleur reçue à déformation constante). La valeur numérique de la dissipation est calculée à partir de la relation 7.51 :  $\mathcal{D} = -0,27 \cdot 10^{-7} \tau^2 \dot{K}_n$ . Elle est bien positive et l'on pourra donc endommager thermiquement les interfaces suivant les valeurs prises pour les paramètres de la loi d'endommagement (voir 7.41). Le blocage macroscopique est donc responsable d'un endommagement thermique. Cette situation se retrouve dans les matériaux multi-échelles telle la pâte de ciment. Le gel CSH vu comme polycristal subit un blocage relatif de ses déformations à l'échelle supérieure de la pâte de ciment du fait de la présence d'autres hydrates de propriétés thermo-élastiques différentes tels la portlandite et les sulfoaluminates.

Le calcul du vecteur contrainte à l'interface confirme cet endommagement. En effet, l'application numérique avec les valeurs précédentes donne une valeur uniforme de la composante normale du vecteur contrainte à l'interface :  $T_n = 29 \tau \text{ MPa}$ . Ces contraintes de traction peuvent ainsi provoquer la dégradation de l'interface selon la loi 7.21.

Nous allons maintenant nous intéresser à une dilatation thermique anisotrope des grains solides, comme ce qui est observé pour les CSH. Toutefois, cette anisotropie complique la résolution directe d'un problème d'Eshelby généralisé avec interfaces imparfaites. Aussi, en vue d'estimer le vecteur contrainte à l'interface, nous allons utiliser une inclusion équivalente à interface parfaite dont l'élasticité incorpore les effets d'interface.

### 7.2.3 Modèle à interfaces imparfaites : inclusion équivalente dans un cas isotrope

Nous introduisons ici le concept d'inclusion équivalente pour rendre compte des effets d'interfaces imparfaites utilisés. Cette équivalence va être caractérisée par une approche variationnelle. Soient  $k_{eq}$  et  $\mu_{eq}$  les modules de compressibilité et de cisaillement de l'inclusion équivalente. On applique au contour extérieur de l'inclusion une déformation macroscopique  $\mathbf{E} = E_{ij}\underline{e}_i \otimes \underline{e}_j$  homogène. Nous allons calculer l'énergie élastique dans les deux situations, avec l'inclusion équivalente et avec l'inclusion à interface imparfaite. Ces deux expressions permettront d'exprimer  $k_{eq}$  et  $\mu_{eq}$  en fonction de  $k_s$ ,  $\mu_s$ ,  $K_n$ ,  $K_t$  et  $r_s$ . Pour cela il faut avant tout déterminer la déformation  $\varepsilon$  à l'intérieur de l'inclusion avec interfaces. Nous recherchons la solution dans l'espace des déformations homogènes, et l'on minimise l'énergie élastique dans cet espace.  $\varepsilon$  est ainsi recherché sous la forme  $\varepsilon_{ij}\underline{e}_i \otimes \underline{e}_j$  avec  $\varepsilon_{ij}$  constant. La discontinuité de déplacement à l'interface s'écrit donc :

$$[\![\underline{\xi}]\!] = (\mathbf{E} - \varepsilon) \cdot (r_s \underline{e}_r) \quad (7.53)$$

L'énergie élastique de l'inclusion composite (sphère solide+interface) s'écrit :

$$| \Omega_s | W_{e1} = \frac{1}{2} \int_{r=r_s} [\![\underline{\xi}]\!] \cdot \mathbf{K} \cdot [\![\underline{\xi}]\!] dS + \frac{1}{2} \int_{r < r_s} \varepsilon : \mathbb{C}_s : \varepsilon d\Omega \quad (7.54)$$

On trouve les expressions des  $\varepsilon_{ij}$  en minimisant  $W_{e1}$  par rapport à chacune de ces quantités. On écrit donc :

$$\text{pour } (i, j) \in \{1, 2, 3\}^2, \quad \frac{\partial W_{e1}}{\partial \varepsilon_{ij}} = 0 \quad (7.55)$$

Par ailleurs, l'énergie élastique de l'inclusion équivalente s'écrit :

$$| \Omega_s | W_{eq} = \frac{1}{2} \mathbf{E} : \mathbb{C}_{eq} : \mathbf{E} \quad (7.56)$$

On écrit ensuite 2 relations permettant d'exprimer  $k_{eq}$  et  $\mu_{eq}$  en exploitant la dépendance des grandeurs  $W_{e1}$  et  $W_{eq}$  vis à vis des déformations  $E_{ij}$ . Par exemple :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 W_{eq}}{\partial E_{11}^2} &= 3k_{eq} + 4\mu_{eq} = \frac{\partial^2 W_{e1}}{\partial E_{11}^2} \\ \frac{\partial^2 W_{eq}}{\partial E_{11} \partial E_{22}} &= 3k_{eq} - 2\mu_{eq} = \frac{\partial^2 W_{e1}}{\partial E_{11} \partial E_{22}} \end{aligned} \quad (7.57)$$

On obtient finalement :

$$\begin{cases} k_{eq} = \frac{r_s K_n k_s}{3k_s + r_s K_n} \\ \mu_{eq} = \frac{r_s \mu_s (2K_n + 3K_t)}{10\mu_s + r_s (2K_n + 3K_t)} \end{cases} \quad (7.58)$$

On pourra donc modéliser la sphère initiale avec interface imparfaite par une sphère équivalente à interface parfaite en prenant comme modules élastiques les modules définis par 7.58. Il est intéressant alors de comparer les estimations des modules élastiques homogénéisés faites avec ces deux inclusions. L'étude de l'évolution du module de compressibilité homogénéisé en fonction de la raideur normale de l'interface pour plusieurs valeurs du rapport  $K_t/K_n$  est représentée sur la figure 7.4. On constate que le modèle à inclusions équivalentes rend bien compte de l'effet d'une baisse de la raideur normale  $K_n$  à  $K_t$  fixé ainsi que pour  $K_n = K_t$ . Par contre ce modèle n'est pas adapté à une diminution de  $K_t$  à  $K_n$  constant ou diminuant moins vite. Les situations  $K_t \ll K_n$  donnent des divergences très importantes avec le modèle à interfaces imparfaites. Et



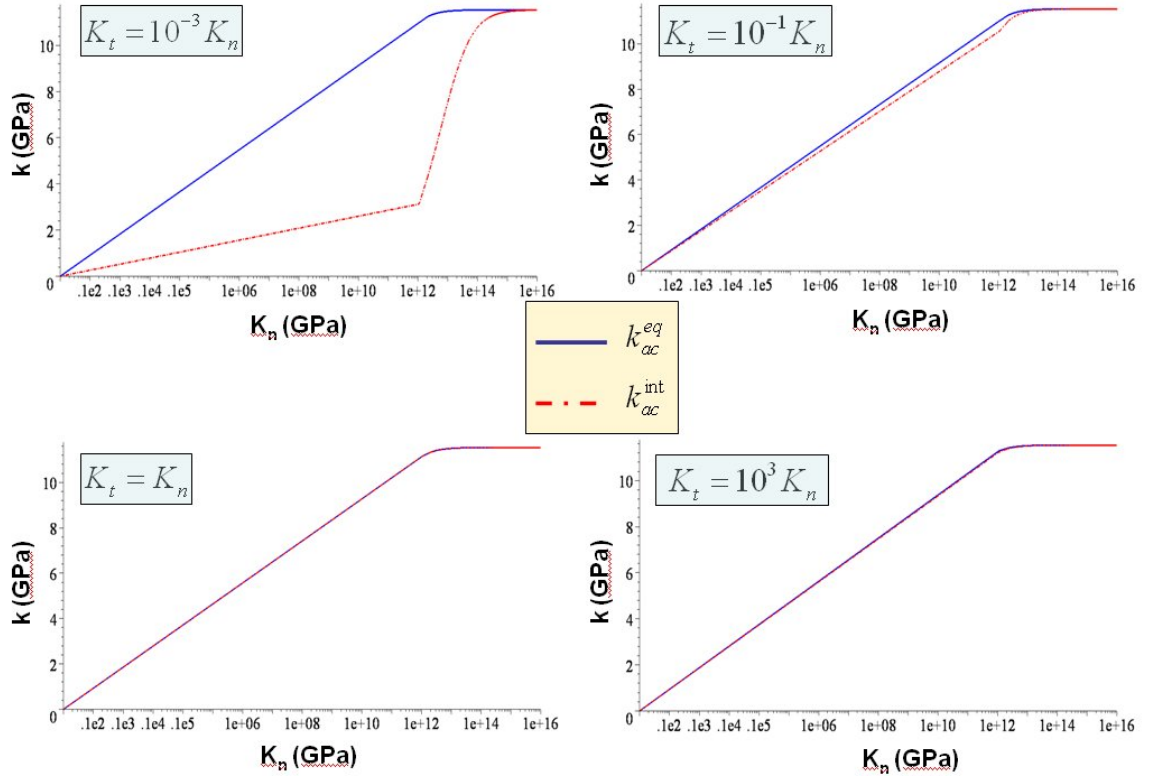


FIGURE 7.4 – Comparaison de l'évolution du module de compressibilité homogénéisé dans le cas d'inclusions à interfaces imparfaites ( $k_{ac}^{int}$ ) et dans le cas d'inclusions équivalentes ( $k_{ac}^{eq}$ ).

c'est encore plus vrai pour le module de cisaillement homogénéisé. Par la suite on se placera donc, lorsqu'on utilisera ces inclusions équivalentes, dans la situation  $K_t = K_n$  ou  $K_t \geq K_n$ .

Cette démarche peut également être utilisée pour prendre par exemple en compte un comportement isotrope transverse du solide.

## 7.2.4 Dilatation thermique microscopique anisotrope

Nous supposons ici un comportement dilatométrique anisotrope de la sphère solide. Cette sphère modélise la particule élémentaire de CSH. On prendra ainsi en compte la structure feuilletée des CSH en considérant, comme au 6.2.2, une contraction "thermique" anisotrope suivant la normale aux feuillets. Ainsi  $\alpha_s = \alpha_s(\underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3)$ , où  $\underline{e}_3$  est le troisième vecteur de la base fondamentale (voir figure 7.5), et  $\alpha_s < 0$ . La dilatation thermique des sphères solides

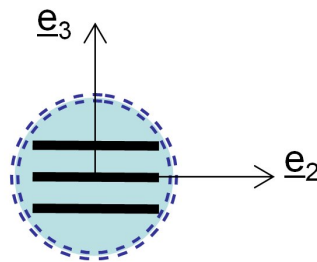


FIGURE 7.5 – Sphère feuilletée avec interfaces imparfaites.

dépendra donc de l'orientation des feuillets. Nous considérerons une répartition isotrope de ces

### 7.3 Endommagement thermique uni-échelle du polycristal

orientations. En vue d'estimer les contraintes dans les sphères solides, et étant donné le caractère anisotrope de la déformation thermique, on utilisera le modèle à inclusions équivalentes afin de tirer directement partie de la solution d'Eshelby comme exposé au 7.1.3. Comme précédemment il faut déterminer les propriétés thermiques homogénéisées. La répartition isotrope des orientations des feuillets implique que les propriétés thermiques du milieu homogénéisé sont isotropes. On a :

$$\begin{aligned}\alpha_{ac} &= \frac{1}{3}\alpha_s \\ \kappa_{ac} &= k_{ac}\alpha_s\end{aligned}\tag{7.59}$$

Par ailleurs le coefficient de capacité thermique volumique homogénéisé est calculé suivant la relation 7.45 en prenant notamment en compte le caractère anisotrope du tenseur  $\kappa_s$ . Une nouvelle fois on s'intéressera à deux situations : le cas de la sollicitation thermique sous contraintes macroscopiques libres ( $E = \alpha_{ac}\tau$ ) puis le cas de la sollicitation thermique à déformations macroscopiques bloquées ( $E = 0$ ).

#### Cas du milieu libre de contrainte

On applique l'approche énergétique décrite plus haut à cette situation. Toutefois elle ne s'est pas avérée satisfaisante et la dissipation calculée n'est pas positive. Cela peut être dû aux biais liés à l'estimation du coefficient  $c_{hom}$  dans le cas d'une dilatation anisotrope du solide ou à l'utilisation du modèle de sphères équivalentes.

On calcule alors directement le vecteur contrainte à l'interface de l'inclusion équivalente par la démarche 7.1.3 utilisant la solution d'Eshelby. Pour cela, après avoir calculé la contrainte  $\sigma_{inc}$  dans l'inclusion, on calcule la contrainte normale à l'interface par :

$$T_n(\theta) = \underline{e}_r \cdot \sigma_{inc} \cdot \underline{e}_r\tag{7.60}$$

où  $(0, \underline{e}_r, \underline{e}_\theta, \underline{e}_\varphi)$  est la base sphérique liée à l'inclusion sphérique ( $O$  étant le centre de cette sphère). L'évolution de la quantité  $T_n/\tau$  en fonction de la position  $\theta$  à l'interface (voir figure 7.6) montre que la composante normale du vecteur contrainte n'est plus uniforme comme dans la situation de la dilatation isotrope (où elle était nulle). Certaines zones de l'interface se retrouvent en compression et d'autres en traction. L'anisotropie de la déformation thermique engendre donc des contraintes thermiques dans les grains solides qui peuvent endommager les interfaces entre ces grains (on a supposé que les grains eux-mêmes ne s'endommageaient pas).

#### Cas du milieu à déformations bloquées

Nous réitérons les calculs précédents dans le cas où les déformations macroscopiques sont bloquées. Une nouvelle fois, l'approche énergétique telle qu'elle a été menée ne permet pas de comprendre l'endommagement thermique de ce milieu. Le calcul direct du vecteur contrainte à l'interface est lui concluant. Les contraintes de traction sont en effet encore plus importantes, et il n'y a plus de zones en compression (voir la figure 7.7). Le blocage des déformations macroscopiques joint à l'anisotropie de la dilatation thermique est source d'endommagement. Cette situation de blocage des déformations est intéressante, car pour un matériau multi-échelle, tel un composite à matrice où la matrice serait un polycristal, la déformation de ce polycristal liée à une variation de température n'est pas libre car gênée par les inclusions présentes. Cette phase polycristalline se trouve donc dans un état intermédiaire entre la situation libre de contraintes et celle de déformation bloquée. Par ailleurs cette matrice peut aussi être endommagée par des mécanismes à l'échelle des inclusions. C'est l'enjeu des développements qui suivent.

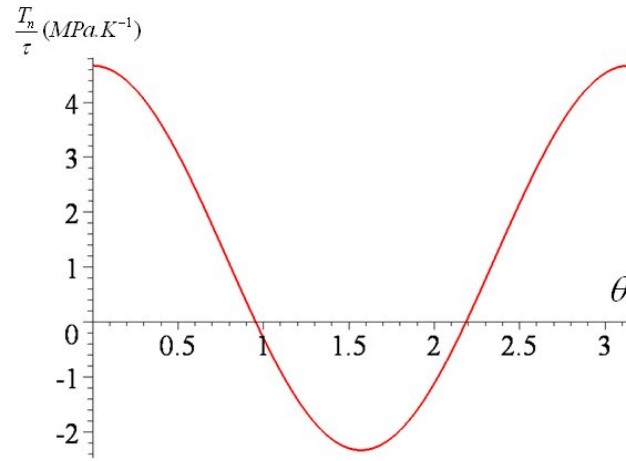


FIGURE 7.6 – Évolution de la quantité  $T_n/\tau$  en fonction de l'orientation  $\theta$  du point de l'interface considéré dans la situation libre de contrainte macroscopique.

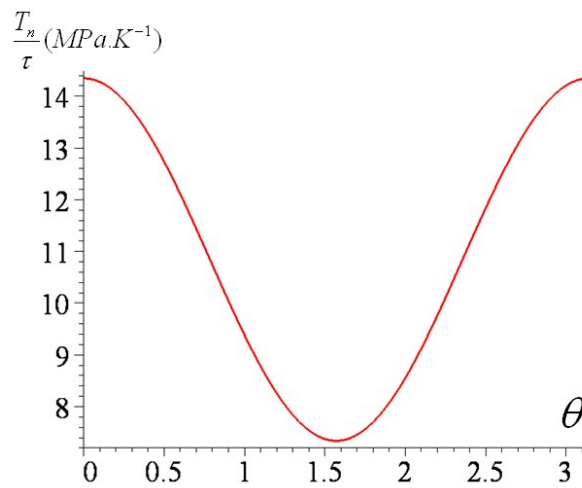


FIGURE 7.7 – Évolution de la quantité  $T_n/\tau$  en fonction de l'orientation  $\theta$  du point de l'interface considéré dans la situation où la déformation macroscopique est bloquée.

### 7.3 Endommagement thermique uni-échelle du composite à matrice

Après s'être posés la question de l'endommagement thermique d'un polycristal, nous nous intéressons à la modélisation micromécanique de l'endommagement thermique d'un composite à matrice. Tout d'abord nous étudierons la situation d'une matrice homogène fissurée. Ensuite, nous regarderons l'effet de la présence d'inclusions en prenant en compte une fissuration dans la matrice ou un endommagement de l'interface de ces inclusions.

#### 7.3.1 Matériau homogène fissuré

##### Modélisation micromécanique d'une fissure

Nous étudions ici l'endommagement thermique d'un solide homogène fissuré. La question de la modélisation des fissures en micromécanique est traitée notamment dans [46]. Ici le solide a un statut de matrice, une élasticité isotrope  $\mathbb{C}_0$  et un tenseur de dilatation thermique isotrope  $\alpha_0$ , les fissures étant prises en compte comme une inclusion aplatie d'élasticité nulle (voir figure 7.8). Cette inclusion a une forme ellipsoïdale aplatie de rapport d'aspect  $X = c/a$ . On s'intéressera aux situations où  $X \rightarrow 0$  (soit  $\varphi_f \rightarrow 0$ ). Nous noterons  $\varphi_f$  la fraction volumique des fissures.

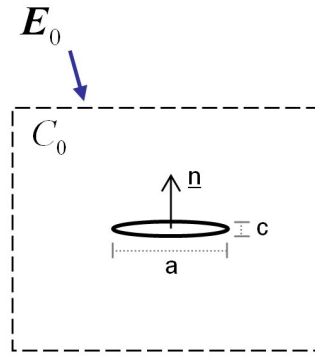


FIGURE 7.8 – Problème d'Eshelby pour une inclusion ellipsoïdale aplatie de normale  $\underline{n}$  modélisant une fissure.

On a :

$$\varphi_f = \frac{4}{3}\pi N a^3 X = \frac{4}{3}\pi \epsilon X \quad (7.61)$$

où  $N$  est la densité de fissures (nombre de fissures par unité de volume), et  $\epsilon = N a^3$  est un paramètre de fissuration couramment utilisé dans la modélisation micromécanique de la fissuration [46]. Le tenseur de localisation des déformations du schéma dilué pour la fissure est :

$$\mathbb{A}_f = \left( \mathbb{1} - \mathbb{S}_{(X, \underline{n})} \right)^{-1} = \left( \mathbb{1} - \mathbb{P}_{(X, \underline{n})} : \mathbb{C}_0 \right)^{-1} \quad (7.62)$$

où  $\mathbb{S}_{(X, \underline{n})}$  est le tenseur d'Eshelby associé à la famille de fissures de normale  $\underline{n}$  et de rapport d'aspect  $X$ . On prendra le cas limite  $X \rightarrow 0$ , si bien que le produit  $X \mathbb{A}_f$  tend vers un tenseur fini. Ce tenseur dépend de l'orientation de la normale considérée. Dans le cas d'une distribution spatiale isotrope des fissures, la moyenne de  $\mathbb{A}_f$  s'écrit :

$$\overline{\mathbb{A}}^f = \frac{1}{4\pi} \int_{\varphi=0}^{\varphi=2\pi} \int_{\theta=0}^{\theta=\pi} \left( \mathbb{1} - \mathbb{S}_{(X, \underline{n})} \right)^{-1} \sin \theta d\theta d\varphi \quad (7.63)$$

où  $\theta$  et  $\varphi$  sont les coordonnées angulaires de la base sphérique. Ce calcul sera de même mené dans le cadre d'autres schémas d'homogénéisation. Par ailleurs, il est possible de prendre en

compte l'effet d'une fermeture totale des fissures supposées lisses en leur conférant une élasticité non nulle en compression. Elle vaudra alors  $\mathbb{C}_f = 3k_f\mathbb{J}$ .  $k_f$  peut être pris égal à  $k_0$ , toutefois sa valeur (du moment qu'elle n'est pas nulle) ne joue pas sur les propriétés homogénéisées étant donné que la fraction volumique et le rapport d'aspect des fissures tend vers 0.

### Propriétés thermo-élastiques homogénéisées

Nous nous plaçons maintenant dans le cadre du schéma de Mori-Tanaka. Les modules élastiques homogénéisés sont alors (dans le cas où  $X \rightarrow 0$ ) :

$$\begin{cases} k_{mt}^f = \frac{k_0}{1 + \epsilon Q_1} \\ \mu_{mt}^f = \frac{\mu_0}{1 + \epsilon Q_2} \end{cases} \quad (7.64)$$

avec :

$$Q_1 = \frac{16}{9} \frac{1 - \nu_0^2}{1 - 2\nu_0} ; Q_2 = \frac{32}{45} \frac{(1 - \nu_0)(5 - \nu_0)}{2 - \nu_0} \quad (7.65)$$

On remarque dans les expressions précédentes que l'élasticité homogénéisée ne s'annule que pour un paramètre de fissuration  $\epsilon \rightarrow \infty$ . On pourra, si besoin, améliorer l'estimation en considérant le schéma de Ponte-Castañeda et Willis (PCW) énoncé au 2.4.1. Le module de compressibilité homogénéisé est alors :

$$\frac{k_{pcw}^f}{k_0} = 1 - \frac{Q_1 \epsilon}{1 + \epsilon Q'_1} \quad (7.66)$$

avec  $Q'_1 = Q_1 \frac{1 + \nu_0}{3(1 - \nu_0)}$ . On voit ainsi que  $k_{pcw}^f$  sera nul pour une valeur finie de  $\epsilon$  égale à  $\frac{1}{Q_1 - Q'_1}$ . On observe cette différence sur la figure 7.9 où on a pris un coefficient de Poisson  $\nu_0 = 0,25$ .

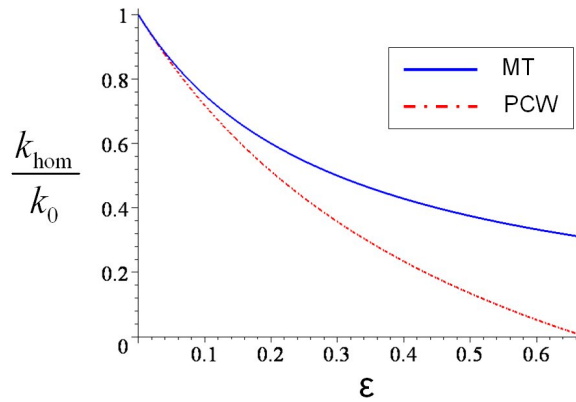


FIGURE 7.9 – Comparaison des estimations du module de compressibilité homogénéisé d'un milieu homogène fissuré selon les schémas de Mori-Tanaka et de Ponte-Castañeda et Willis.

Nous poursuivons ici avec le schéma de Mori-Tanaka. Les propriétés thermiques homogénéisées sont alors (on applique les relations 7.4 et 7.5) :

$$\begin{aligned} \alpha_{mt}^f &= \alpha_0 \\ \kappa_{mt}^f &= 3k_{mt}^f \alpha_0 \end{aligned} \quad (7.67)$$

### 7.3 Endommagement thermique uni-échelle du composite à matrice

Nous déterminons aussi le coefficient de capacité thermique volumique homogénéisé. Pour cela nous adaptons la relation 7.45 à la situation étudiée. Nous avons en effet, pour un chargement thermique  $\tau$  sans déformation macroscopique ( $\mathbf{E} = \mathbf{0}$ ) :

$$S - S_0 = c_{mt}^f \tau = \varphi_0 (c_0 \tau + \boldsymbol{\kappa}_0 : \overline{\varepsilon}_0) \quad (7.68)$$

Or la règle des moyennes des déformations nous donne :  $\overline{\varepsilon}_0 = -\frac{\varphi_f}{\varphi_0} \overline{\varepsilon}_f$ . Ainsi on a :

$$c_{mt}^f = \varphi_0 \left( c_0 - \frac{1}{\tau} \frac{\varphi_f}{\varphi_0} \boldsymbol{\kappa}_0 : \overline{\varepsilon}_f \right) \quad (7.69)$$

Nous obtenons la quantité  $\varphi_f \overline{\varepsilon}_f$  en résolvant le problème de la figure 7.2 dans le cas où l'inclusion est une fissure ( $\mathbb{C}_1 = 0$ ,  $\sigma_{p_1} = \mathbf{0}$ ), la déformation macroscopique  $\mathbf{E}$  est nulle et le chargement est une variation de température  $\tau$ . La solution du problème  $\mathcal{P}'$  est immédiate ( $\sigma = \sigma_{p_0} = -\kappa_0 \tau$  et  $\varepsilon = \mathbf{0}$  partout). La résolution du problème  $\mathcal{P}''$  tire partie de la solution d'Eshelby (voir 7.1.3). Dans ce problème on a en effet :

$$\overline{\varepsilon}_0 = \mathbf{E}_0 ; \varepsilon_f = \mathbb{A}_f(\underline{n}) : (\mathbf{E}_0 + \mathbb{P}(\underline{n}) : \sigma_{p_0}) \quad (7.70)$$

La déformation auxiliaire  $\mathbf{E}_0$  est déterminée par la règle de moyenne des déformations :

$$\begin{aligned} \mathbf{E} &= \mathbf{0} = \varphi_0 \overline{\varepsilon}_0 + \varphi_f \overline{\varepsilon}_f \\ &= [\varphi_0 \mathbb{I} + \varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f] : \mathbf{E}_0 + \varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \sigma_{p_0} \end{aligned} \quad (7.71)$$

d'où :

$$\mathbf{E}_0 = -\varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} : \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \sigma_{p_0} \quad (7.72)$$

où  $\mathbb{A}_0 = \mathbb{I}$  et  $\mathbb{A}_f$  sont les tenseurs de localisation des déformations pour la matrice et la fissure dans le cas du schéma dilué (quand  $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0$ ). On injecte donc cette expression dans celle de la déformation de la fissure. On a alors :

$$\varepsilon_f = -\mathbb{A}_f(\underline{n}) : (\varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} : \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \sigma_{p_0} - \mathbb{P}(\underline{n}) : \sigma_{p_0}) \quad (7.73)$$

et sa moyenne s'écrit :

$$\begin{aligned} \overline{\varepsilon}_f &= -\overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \left[ \varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} - \mathbb{I} \right] : \sigma_{p_0} \\ &= -\overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \left[ \varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f - \overline{\mathbb{A}} \right] : \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} : \sigma_{p_0} \\ &= \varphi_0 \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}}^f : \overline{\mathbb{A}}_0 : \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} : \sigma_{p_0} \end{aligned} \quad (7.74)$$

car  $\overline{\mathbb{A}} = \varphi_f \overline{\mathbb{A}}_f + \varphi_0 \overline{\mathbb{A}}_0$  avec  $\mathbb{A}_0 = \mathbb{I}$ . Finalement :

$$\overline{\varepsilon}_f = \varphi_0 \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} : \sigma_{p_0} \quad (7.75)$$

On injecte cette expression dans 7.69. On obtient, sachant que  $\sigma_{p_0} = -\kappa_0 \tau$  et vues les symétries des tenseurs de localisation :

$$c_{mt}^f = \varphi_0 \left( c_0 + \varphi_f \kappa_0 : \overline{\mathbb{A}}_f^{-1} : \overline{\mathbb{A}}_f : \overline{\mathbb{P}} : \kappa_0 \right) \quad (7.76)$$

Or, sachant que  $\boldsymbol{\kappa}_0 = \mathbb{C}_0 : \boldsymbol{\alpha}_0$  et  $\mathbb{A}_f = (\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1}$ , on écrit :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\kappa}_0 : (\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1} : \overline{\mathbb{P}} : \boldsymbol{\kappa}_0 &= \boldsymbol{\alpha}_0 : \mathbb{C}_0 : (\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1} : \overline{\mathbb{P}} : \mathbb{C}_0 : \boldsymbol{\alpha}_0 \\ &= \boldsymbol{\alpha}_0 : \mathbb{C}_0 : (\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1} : (\overline{\mathbb{P}} : \mathbb{C}_0) : \boldsymbol{\alpha}_0 \\ &= \boldsymbol{\alpha}_0 : \mathbb{C}_0 : (\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1} : ((\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0) - \mathbb{I}) : \boldsymbol{\alpha}_0 \\ &= -\boldsymbol{\alpha}_0 : \mathbb{C}_0 : \mathbb{I} - (\mathbb{I} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1} : \boldsymbol{\alpha}_0 \end{aligned} \quad (7.77)$$

La moyenne  $\overline{\mathbb{I} - (\mathbb{1} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1}}$  étant une intégrale sur les orientations des normales aux fissures, on peut séparer l'intégrale de la somme par la somme des intégrales. On a donc :

$$c_{mt}^f = \varphi_0 \left( c_0 - \varphi_f \alpha_0 : \mathbb{C}_0 : \overline{\mathbb{A}^{-1}} : \left( \mathbb{I} - \overline{(\mathbb{1} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1}} \right) : \alpha_0 \right) \quad (7.78)$$

Or :

$$\varphi_f \overline{(\mathbb{1} - \mathbb{P} : \mathbb{C}_0)^{-1}} = \overline{\mathbb{A}} - \varphi_0 \mathbb{I} \quad (7.79)$$

d'où :

$$c_{mt}^f = \varphi_0 \left( c_0 - \alpha_0 : \mathbb{C}_0 : (\overline{\mathbb{A}^{-1}} - \mathbb{I}) : \alpha_0 \right) \quad (7.80)$$

On reconnaît :  $\mathbb{C}_{mt} = \varphi_0 \mathbb{C}_0 : \overline{\mathbb{A}^{-1}}$ . Et donc, dans la limite  $\varphi_f \rightarrow 0$  :

$$c_{mt}^f = (c_0 + \alpha_0 : (\mathbb{C}_0 - \mathbb{C}_{mt}) : \alpha_0) \quad (7.81)$$

On peut dès lors injecter cette expression dans l'expression de l'énergie thermo-élastique macroscopique 7.35, et la dériver par rapport au paramètre de fissuration pour calculer la dissipation volumique :

$$\frac{\mathcal{D}}{\dot{\epsilon}} = -\frac{\partial \Psi}{\partial \epsilon} = \left[ -\frac{1}{2} (\mathbf{E} - \alpha_0 \tau) : \frac{\partial \mathbb{C}_{mt}}{\partial \epsilon} : (\mathbf{E} - \alpha_0 \tau) \right] \quad (7.82)$$

On exhibe ainsi une déformation effective  $\mathbf{E} - \alpha_0 \tau$  responsable de l'endommagement. Dans le cas libre de contraintes,  $\mathbf{E} = \alpha_0 \tau$  et il n'y aura pas endommagement thermique. Dans le cas de déformations macroscopiques bloquées :

$$\mathcal{G}_e = -\frac{\partial \Psi}{\partial \epsilon} = -\frac{9}{2} \alpha_0^2 \tau^2 \frac{\partial k_{mt}(\epsilon)}{\partial \epsilon} \geq 0 \quad (7.83)$$

et un endommagement thermique sera possible pour une variation de température  $\tau$  telle que  $\mathcal{G}_e = \mathcal{G}_c$ , sous réserve de traction.

### 7.3.2 Composite à matrice : fissures matricielles

Nous étudions maintenant l'effet de la présence d'inclusions dans la matrice. Les mécanismes d'endommagement étudiés seront une fissuration dans la matrice et une dégradation des interfaces des inclusions. Le présent paragraphe s'intéresse au premier mécanisme. Nous considérerons une matrice élastique homogène isotrope (élasticité isotrope  $\mathbb{C}_m$  et dilatation thermique isotrope  $\alpha_m$ ) et des inclusions sphériques isotropes (élasticité isotrope  $\mathbb{C}_s$  et dilatation thermique isotrope  $\alpha_s$ ) en fraction volumique  $f_s$ . Par ailleurs nous prendrons en compte la présence de fissures ouvertes aplaties dans la matrice (avec les paramètres de fissures définis plus haut) (voir figure 7.10).

Le schéma de Mori-Tanaka donne donc les expressions des modules élastiques homogénéisés :

$$\begin{aligned} k_{mt}^f &= k_{mt}^f(k_m, \mu_m, k_s, f_s, \epsilon) \\ \mu_{mt}^f &= \mu_{mt}^f(k_m, \mu_m, k_s, \mu_s, f_s, \epsilon) \end{aligned} \quad (7.84)$$

Ces expressions sont toutefois trop lourdes pour être reproduites ici. On peut ensuite déterminer les propriétés thermiques homogénéisées :

$$\begin{aligned} \alpha_{mt}^f &= \frac{k_m \alpha_m (1 - f_s) (3k_s + 4\mu_m) + f_s k_s \alpha_s (3k_m + 4\mu_m)}{k_m (3k_s + 4\mu_m) + 4\mu_m f_s (k_s - k_m)} \\ \kappa_{mt}^f &= 3k_{mt}^f \alpha_{mt}^f \end{aligned} \quad (7.85)$$

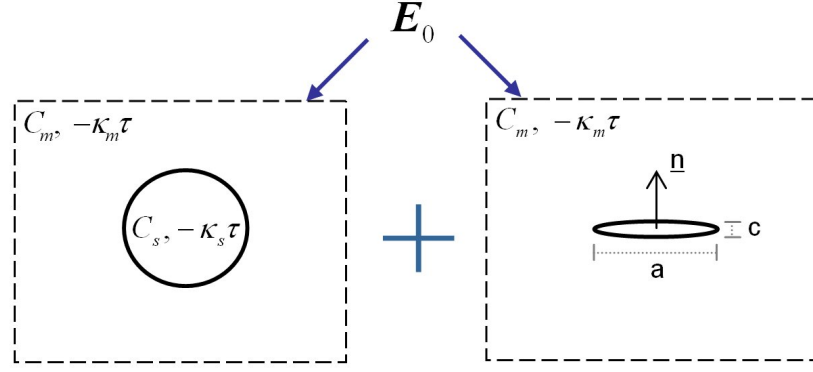


FIGURE 7.10 – Problème d'Eshelby avec des inclusions à interfaces parfaites et fissures pour un chargement en température  $\tau$  à déformation macroscopique  $\mathbf{E}$  nulle.

On remarque notamment que le coefficient thermique homogénéisé ne dépend toujours pas de l'état de fissuration. De même, l'application de la démarche exposée au 7.1.3 permet d'exprimer le coefficient de capacité thermique volumique  $c_{mt}^f = c_{mt}^f(k_m, \mu_m, k_s, f_s, \epsilon)$ . On peut d'ailleurs vérifier que l'on retrouve les résultats du schéma de Mori-Tanaka avec inclusions sans fissure (pour  $\epsilon = 0$ ) ainsi que les résultats précédents en l'absence d'inclusion ( $f_s = 0$ ). On calcule alors le taux de restitution d'énergie dans le cas où le milieu est libre de contraintes  $\mathbf{E} = \alpha_{mt}^f \tau \mathbf{1}$  (situation du composite à matrice soumis à une variation de température sans contrainte) :

$$\mathcal{G}_e = -\frac{\partial \Psi}{\partial \epsilon} = \mathcal{A}_{(k_m, \mu_m, k_s, f_s, \epsilon)}^2 (\alpha_m - \alpha_s) \alpha_{mt}^f \tau^2 \quad (7.86)$$

où  $\mathcal{A}^2$  est une fonction positive des paramètres  $k_m$ ,  $\mu_m$ ,  $k_s$ ,  $f_s$  et  $\epsilon$ . Ainsi, étudions diverses situations (on s'intéresse particulièrement aux dilatations thermiques positives de l'inclusion) :

1. si  $\alpha_m > 0$  et  $\alpha_s > 0$  :  $\alpha_{mt}^f$  sera positif et le signe de  $\mathcal{G}_e$  est donné par le signe de  $\alpha_m - \alpha_s$ . L'approche énergétique prévoit un endommagement possible si  $\alpha_m > \alpha_s$ .
2. si  $\alpha_m < 0$  et  $\alpha_s > 0$  : le signe de  $\alpha_{mt}^f$  dépend des propriétés thermo-élastiques des phases. Dans le cas du mortier par exemple, pour une température suffisamment forte induisant une contraction importante de la matrice ( $T > 150^\circ C$ ),  $\alpha_{mt}^f$  sera négatif. Par ailleurs  $\alpha_m - \alpha_s < 0$ . L'approche énergétique prévoit alors une possible propagation des fissures ( $\dot{\epsilon} > 0$ ).

La deuxième situation est celle qui nous intéressera :

- dans le cas du mortier où la matrice est la pâte de ciment qui se contracte fortement pour des températures supérieures à  $150^\circ C$ .
- dans le cas de la pâte où la matrice gel CSH se contracte alors que les hydrates de portlandite de dilatent.

Et effectivement, dans cette situation, on s'attend à des contraintes de traction dans la matrice capables de la fissurer.

Par contre le résultat obtenu pour la première situation est moins intuitif. Si l'on introduit un critère en contraintes, on s'attend à de la fissuration lorsque la matrice sera mise en traction et que la contrainte atteindra une valeur critique  $\sigma = \sigma_c$ . Or la situation où le critère énergétique prévoit un endommagement est une situation où la matrice est, en moyenne, en compression. Ce résultat se comprend donc du fait que localement, autour des inclusions, la matrice est le siège de contraintes de traction qui la feront fissurer. Une description isotrope et homogène par phase est donc une simplification forte qui ne va pas subsister dès lors que l'endommagement se propage. Une approche de type motif morphologique avec des inclusions composites constituées



de l'inclusion et d'une coque de matrice endommagée pourrait alors être exploitée. Resterait alors la question du type de fissures créées. Sont-elles radiales, interfaciales ? Aussi, les modèles à interfaces utilisés ici ont la vertu de s'affranchir de ces questions en condensant tous les types de fissuration au voisinage de l'inclusion en un endommagement de l'interface.

Notons enfin qu'il est nécessaire de conjuguer critère énergétique et critère en contraintes pour conclure sur une possible propagation de l'endommagement, ce qui a déjà été évoquée dans [91, 122]. On le comprend en observant que la variation de température dans 7.86 intervient au carré. On ne distingue donc pas les situations de chauffage et de refroidissement. L'utilité de suivre en parallèle les contraintes au sein du matériau est donc bien réelle.

### 7.3.3 Composite à matrice : dégradation des interfaces des inclusions

Nous étudions ici un mécanisme d'endommagement thermique lié à la dégradation des interfaces des inclusions. Seule la raideur normale est susceptible d'être endommagée ici (étant donné le caractère isotrope des propriétés des inclusions et de la matrice). Nous considérons donc un composite à matrice dont les inclusions sphériques ont des interfaces de raideur  $\mathbf{K}$ . Les modules élastiques homogénéisés de cette microstructure pour le schéma de Mori-Tanaka sont donnés par 2.30. Les relations 7.4 et 7.5 donnent les propriétés thermiques homogénéisées :

$$\begin{aligned}\alpha_{mt}^{int} &= \alpha_{mt}^{int} (k_m, \mu_m, \alpha_m, k_s, \alpha_s, f_s, r_s, K_n) \\ \kappa_{mt}^{int} &= 3k_{mt}^{int} \alpha_{mt}^{int}\end{aligned}\tag{7.87}$$

Enfin le coefficient de capacité thermique volumique homogénéisé est tiré de la résolution du problème d'Eshelby généralisé à des inclusions à interfaces imparfaites lorsque le chargement est une variation de température  $\tau$  à déformation macroscopique  $\mathbf{E}$  nulle ( $\mathbf{E}_0$  sera ainsi exprimé pour vérifier la nullité de cette déformation) (voir figure 7.11). On déterminera alors la moyenne des déformations dans la matrice  $\bar{\epsilon}^m = \mathbf{E}_0$  et dans l'inclusion  $\bar{\epsilon}^s$  pour ce chargement. A partir

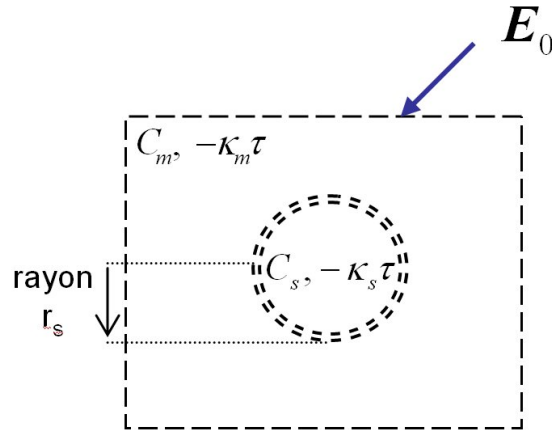


FIGURE 7.11 – Problème d'Eshelby généralisé à des inclusions à interfaces imparfaites pour un chargement en température  $\tau$  à déformation macroscopique  $\mathbf{E}$  nulle.

de la relation 7.45 on peut écrire :

$$c_{mt}^{int} = (1 - f_s)c_m + f_s c_s + \frac{(1 - f_s)}{\tau} \kappa_m : \bar{\epsilon}^m + \frac{f_s}{\tau} \kappa_s : \bar{\epsilon}^s\tag{7.88}$$

Les termes liés à l'interface sont en effet pris nuls (voir 7.2.1). On a donc :

$$c_{mt}^{int} = c_{mt}^{int} (k_m, \mu_m, \alpha_m, k_s, \alpha_s, f_s, r_s, K_n)\tag{7.89}$$

## 7.4 Endommagement thermique multi-échelle

On peut alors calculer la dissipation liée au chargement thermique sous contraintes macroscopiques libres :

$$\mathcal{D} = - \frac{216 f_s r_s k_s^2 k_m^2 \mu_m^2 (1 - f_s)^2 (\alpha_s - \alpha_m)^2 \tau^2}{[r_s K_n [4 f_s \mu_m (k_s - k_m) + k_m (3 k_s + 4 \mu_m)] + 12 k_m \mu_m k_s (1 - f_s)]^2} \dot{K}_n \quad (7.90)$$

Cette dissipation est toujours positive et sa valeur dépend notamment de l'écart entre les propriétés dilatométriques des phases  $\alpha_s - \alpha_m$ . Toutefois elle ne fait pas apparaître de dépendance au signe de cet écart. Or seule la situation  $\alpha_s < \alpha_m$  sollicitera l'interface en traction (chargement susceptible d'endommager l'interface selon la loi 7.21). De même il n'y a pas de différenciation entre une élévation de température ou un refroidissement. Ce critère énergétique doit donc être couplé à un calcul du vecteur contrainte pour s'intéresser aux situations où l'interface est sollicitée en traction.

### 7.3.4 Composite à matrice : mécanismes d'endommagement conjoints

Nous nous sommes intéressés précédemment à des mécanismes d'endommagement thermique liés à une fissuration de la matrice ou à une dégradation de la raideur normale des interfaces des inclusions. On peut aussi prendre en compte ces 2 mécanismes conjointement. On peut alors appliquer ce qui a été fait précédemment en adaptant les calculs à cette situation. Pour cela il est nécessaire d'exprimer les propriétés homogénéisées d'un composite constitué d'une matrice, d'inclusions sphériques à interfaces imparfaites et de fissures :  $k_{mt}^{int,f}$ ,  $\mu_{mt}^{int,f}$ ,  $\alpha_{mt}^{int,f}$ ,  $\kappa_{mt}^{int,f}$ ,  $c_{mt}^{int,f}$ . La dissipation volumique est alors calculée comme :

$$\mathcal{D} = - \frac{\partial \Psi}{\partial \epsilon} \dot{\epsilon} - \frac{\partial \Psi}{\partial \xi_n} \dot{\xi}_n = \mathcal{G}_{ef} \dot{\epsilon} + \mathcal{G}_{e_{int}} \dot{\xi}_n \quad (7.91)$$

Nous avons donc ici deux forces thermodynamiques responsables de l'endommagement, et deux valeurs critiques  $\mathcal{G}_{cf}$  et  $\mathcal{G}_{c_{int}}$  sont nécessaires.

## 7.4 Endommagement thermique multi-échelle : composite à matrice polycristalline

Nous avons étudié précédemment des mécanismes d'endommagement thermique pour deux microstructures différentes : le polycristal et le composite à matrice. A chaque fois l'endommagement considéré était uni-échelle. Il est toutefois utile, en vue d'étudier les matériaux cimentaires qui sont multi-échelles, de s'intéresser au cas d'un endommagement thermique multi-échelle d'un composite à matrice (avec inclusions) où la matrice serait, à une échelle inférieure, un polycristal (c'est la situation du mortier ou de la pâte de ciment). Nous considérerons alors un endommagement des interfaces du polycristal et un endommagement matriciel par fissuration à l'échelle des inclusions. Cette microstructure est représentée sur la figure 7.12.

### 7.4.1 Endommagement des interfaces des phases du polycristal

Commençons par nous intéresser à l'endommagement des interfaces du polycristal. Nous pourrions donc appliquer directement ce qui a été fait au 7.2. Toutefois, vis à vis d'un chargement thermique, ce polycristal n'est ni libre de contrainte, ni bloqué en déformation, mais *gêné* par la présence des inclusions à l'échelle supérieure. Il faut donc calculer les contraintes thermiques dans chacune des phases du composite à matrice ( $\sigma_m^{th}$  et  $\sigma_s^{th}$  sphériques) qui lui sera pris libre de contrainte dans le problème de chargement thermique étudié. Le calcul de ces contraintes thermiques sera mené comme expliqué au 7.1.3. Ainsi, l'analyse de l'endommagement du polycristal sera mené en prenant comme sollicitation mécanique *macroscopique* à cette

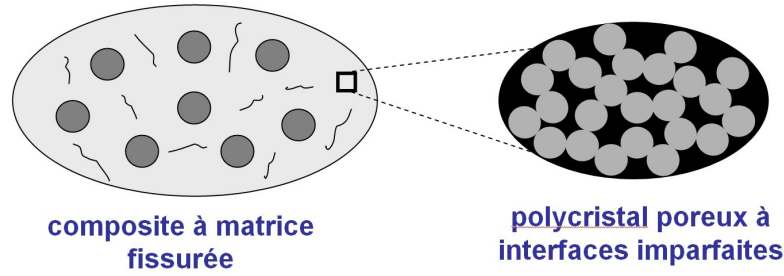


FIGURE 7.12 – Composite à matrice fissurée où la matrice est un polycristal poreux de sphères solides à interfaces imparfaites.

échelle la contrainte thermique dans la matrice  $\sigma_m^{th}$ . Nous pourrions alors prendre en compte une dilatation isotrope des sphères solides du polycristal (voir 7.2.2) ou une dilatation anisotrope (voir 7.2.4). La déformation s'appliquant sur le polycristal étant alors  $E_{poly} = \frac{\sigma_m^{th}}{3k_{ac}} + \alpha_{ac}\tau\mathbf{1}$  où  $k_{ac}$  et  $\alpha_{ac}$  sont respectivement son module de compressibilité et son coefficient de dilatation thermique homogénéisés (calculés par le schéma auto-cohérent). Par ailleurs, en vue de l'appliquer au gel CSH, la dilatation thermique des CSH étant anisotrope, nous avons vu qu'il était préférable d'adopter un critère d'endommagement en contraintes ; les contraintes sur l'interface n'étant pas homogènes, un calcul moyenné peut alors gommer les sources d'endommagement.

#### 7.4.2 Endommagement matriciel à l'échelle des inclusions

On s'intéresse ici à l'endommagement de la matrice du composite par propagation de fissures à l'échelle des inclusions, en supposant que le polycristal ne s'endommage pas. Pour cela on peut directement utiliser ce qui a été fait au 7.3.2 dans le cas du milieu libre de contraintes.

#### 7.4.3 Endommagement conjoint

Il est intéressant de se poser la question d'un endommagement thermique simultané de la matrice et des interfaces du polycristal. En effet, une propagation de fissures pourra avoir lieu dans la matrice lorsqu'elle est en traction. Aussi, les interfaces du polycristal dans cette situation seront également susceptibles de s'endommager. On pourrait prendre en compte ces deux mécanismes avec le même calcul qu'au 7.3.4 et calculer la dissipation à l'échelle du composite, où les propriétés homogénéisées du composite dépendent à la fois du paramètre de fissuration  $\epsilon$  et de la raideur d'interface  $K_n$ . Une dérivée partielle de l'énergie thermo-élastique macroscopique selon ces deux variables donnerait accès à la dissipation. Toutefois, cette approche n'étant pas satisfaisante pour le polycristal, nous préférons mener un calcul incrémental où une propagation de fissures peut avoir lieu pendant un incrément de chargement de température  $d\tau$ , les interfaces ne se dégradant pas, et inversement une dégradation des interfaces sans propagation de fissures. On est ainsi ramené aux deux situations précédentes.

### Conclusions du chapitre

Nous avons présenté ici une approche micromécanique de l'endommagement thermique des matériaux hétérogènes, pour des microstructures polycristallines ou de composites à matrice. Deux approches ont été ainsi introduites, avec un critère énergétique basé sur le calcul du taux de restitution de l'énergie, et un critère en contraintes où l'on se donne une contrainte limite à partir de laquelle un endommagement peut intervenir. Ces techniques ont ainsi été étudiées dans le cas d'un endommagement uni-échelle pour différents mécanismes d'endommagement :

#### 7.4 Endommagement thermique multi-échelle

---

dégradation des interfaces du polycristal, fissuration matricielle du composite ou dégradation des interfaces de ses inclusions. Enfin la question de l'endommagement multi-échelle d'un composite à matrice polycristalline a été évoquée.



## Chapitre 8

# Effet des hautes températures sur les propriétés de la pâte de ciment

*Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus sur les pâtes de ciment exposées aux traitements thermiques utilisés dans ce travail. Nous évoquerons l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport de la pâte de ciment d'e/c 0,5 principalement. Ces résultats seront alors discutés sous le point de vue de la micromécanique.*

### Sommaire

---

<b>8.1</b>	<b>Variations massiques et dimensionnelles . . . . .</b>	<b>194</b>
<b>8.2</b>	<b>Évolution expérimentale des propriétés mécaniques . . . . .</b>	<b>194</b>
8.2.1	Résultats des essais de compression simple . . . . .	195
8.2.2	Résultats de micro-indentation . . . . .	199
8.2.3	Résultats des essais poro-mécaniques . . . . .	202
8.2.4	Évolution du module de compressibilité $K_b$ . . . . .	202
<b>8.3</b>	<b>Évolution expérimentale des propriétés de transport . . . . .</b>	<b>209</b>
8.3.1	Évolution de la porosité . . . . .	209
8.3.2	Évolution de la perméabilité . . . . .	212
<b>8.4</b>	<b>Analyse multi-échelle de l'effet des hautes températures . . . . .</b>	<b>215</b>

---

## 8.1 Variations massiques et dimensionnelles

Nous étudions tout d'abord les variations de masse et de dimension des échantillons lorsqu'ils sont soumis aux traitements thermiques de 200 et 400°C. Il s'agit ici d'échantillons de 37 mm de diamètre et 70 mm de haut dont on mesure la masse et les dimensions avant et après traitement thermique. La figure 8.1 présente le rapport  $\frac{m - m_{60}}{m_{60}}$  en fonction de la température de traitement. 3 échantillons à 200 et 6 échantillons à 400 °C ont été utilisés. On obtient ainsi une diminution quasi-linéaire de ce rapport en fonction de la température.

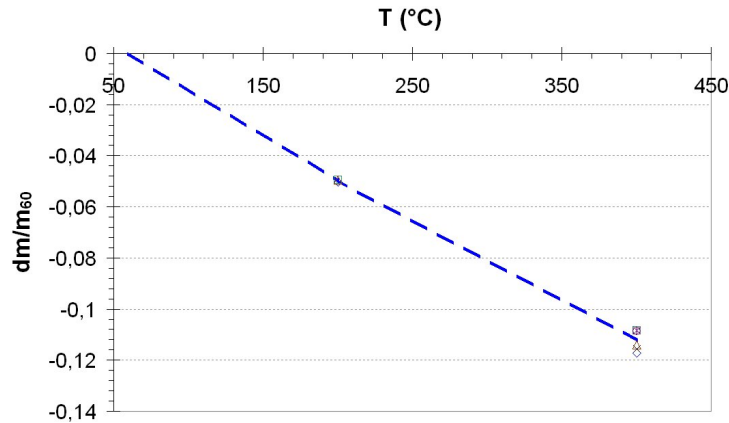


FIGURE 8.1 – Rapport  $(m - m_{60})/m_{60}$  en fonction de la température de traitement.

La figure 8.2 montre l'évolution du rapport des volumes  $\frac{V - V_{60}}{V_{60}}$ . On observe ici aussi une diminution de ce rapport, accentuée entre 200 et 400°C, gamme de déshydratation des CSH induisant une contraction de ces derniers.

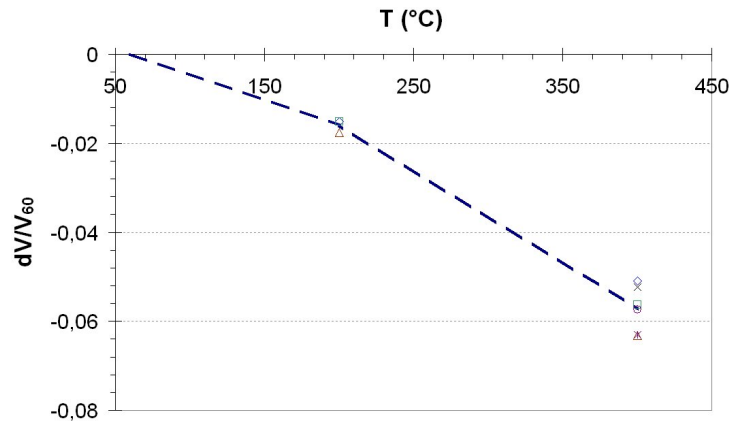


FIGURE 8.2 – Rapport  $\frac{V - V_{60}}{V_{60}}$  en fonction de la température de traitement.

Par ailleurs, la masse volumique diminue légèrement, perdant 4 et 6 % respectivement à 200 et 400 °C.

## 8.2 Évolution expérimentale des propriétés mécaniques

Nous étudions ici l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques des échantillons de pâte de ciment.

## 8.2 Évolution expérimentale des propriétés mécaniques

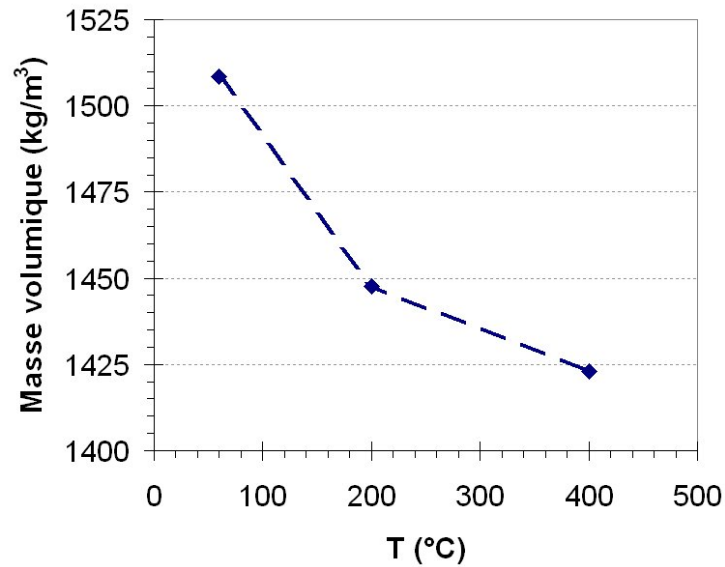


FIGURE 8.3 – Évolution de la masse volumique de la Pdc05 en fonction de la température.

### 8.2.1 Résultats des essais de compression simple

#### Évolution du module d'Young

L'essai utilisé a été présenté au 2.1.1. Nous testons ici des échantillons Pdc03 et Pdc05 de l'ordre de 20 mm de diamètre et 40 mm de hauteur. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

e/c	T (°C)	N° éch.	h (mm)	$\Phi$ (mm)	$\nu$	E (GPa)	$E_{moy}$ (GPa)	coeff variation
0,3	105	1.11	39,7	19,8	0,19	22,7	22,1	2,9 %
		1.12	39,5	19,8	0,16	21,4		
	200	1.21	39,0	19,5	0,2	18,8	18,4	2,2 %
		1.22	39,2	19,2	0,17	18,0		
	400	1.41	39,0	19,5	0,24	20,8	21,3	2,3 %
		1.42	38,9	18,8	0,17	21,2		
		1.43	38,8	19,4	0,14	22,0		
0,5	105	2.11	39,6	19,7	0,16	14,4	13,8	6,1 %
		2.12	39,7	19,6	0,19	13,2		
	200	2.21	39,8	19,5	0,16	10,5	9,7	7,4 %
		2.22	39,5	19,7	0,21	9,5		
		2.23	39,5	19,6	0,15	9,1		
	400	2.41	38,7	19,2	0,15	9,9	10,7	5,4 %
		2.42	39,1	19,3	0,18	11,3		
		2.43	37,9	18,8	0,19	10,8		

FIGURE 8.4 – Résultats de compression simple sur pâtes de ciment pour différents traitement thermiques.

On observe sur la figure 8.5 l'évolution du module d'Young en fonction du traitement thermique effectué. Ainsi, entre l'état de référence et 200 °C, la raideur du matériau diminue du fait d'un endommagement thermique. Par contre, après 200°C, cet assouplissement s'arrête et au contraire la pâte de ciment se raidit, et cela pour les deux rapports e/c. Ce raidissement sera



imputé à un raidissement des particules de CSH du fait du départ de l'eau intra-foliaire. On peut d'ailleurs s'intéresser à l'évolution du module entre les deux rapports  $e/c$ . Ainsi on observe sur la figure 8.6 l'évolution du module d'Young et du rapport  $E/E_{60}$  (normalisation du module par sa valeur à l'état de référence). On obtient ainsi un assouplissement plus important pour le  $e/c$  0,5 à  $200^{\circ}C$  mais une évolution semblable pour les deux pâtes.

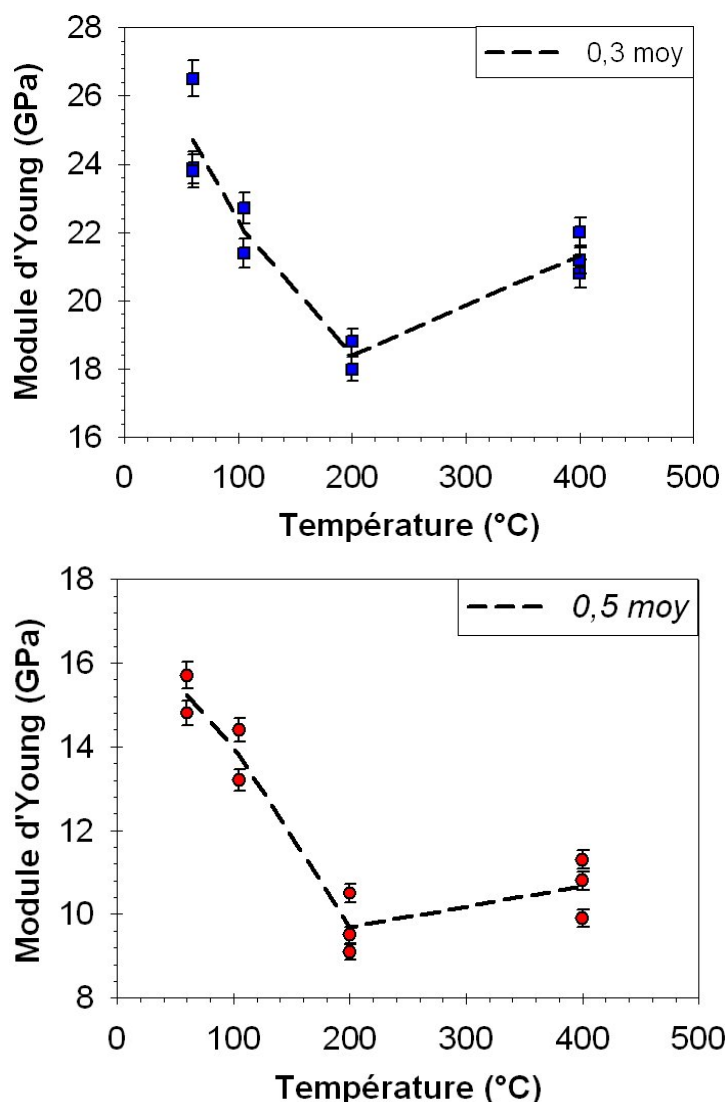


FIGURE 8.5 – Évolution du module d'Young en fonction du traitement thermique subi, en haut pour la pâte  $e/c$  0,3 et en bas pour la pâte  $e/c$  0,5.

L'évolution du coefficient de Poisson n'est pas significative, et sa valeur reste relativement similaire à celle obtenue sur les échantillons séchés à  $60^{\circ}C$ .

### Évolution de la résistance en compression simple

On s'intéresse à l'évolution de la résistance en compression simple en fonction du traitement thermique subi. Les résultats sont représentés sur la figure 8.7. On observe ainsi pour la pâte  $e/c$  0,5, une diminution continue de la résistance en compression du fait du traitement thermique.

Pour  $e/c = 0,3$  on observe cette diminution qu'à partir de  $105^{\circ}C$ . Au préalable, il y a une augmentation de la résistance en compression due au chauffage à  $105^{\circ}C$ . Cela a déjà été observé sur les matériaux cimentaires [23, 163], et est généralement imputé à :

## 8.2 Évolution expérimentale des propriétés mécaniques

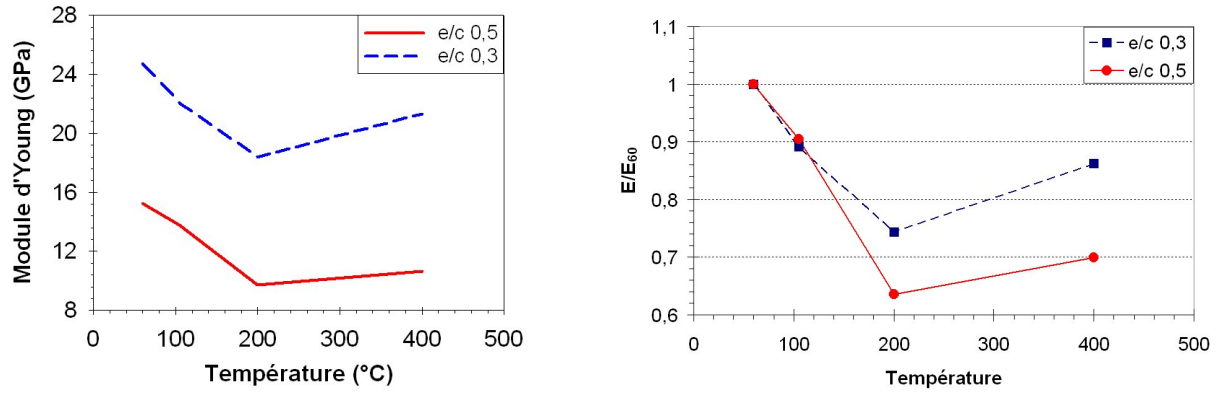


FIGURE 8.6 – Comparaison de l'effet du traitement thermique sur la raideur des deux pâtes, à gauche en absolu, à droite normalisé par la raideur à  $60^{\circ}C$ .

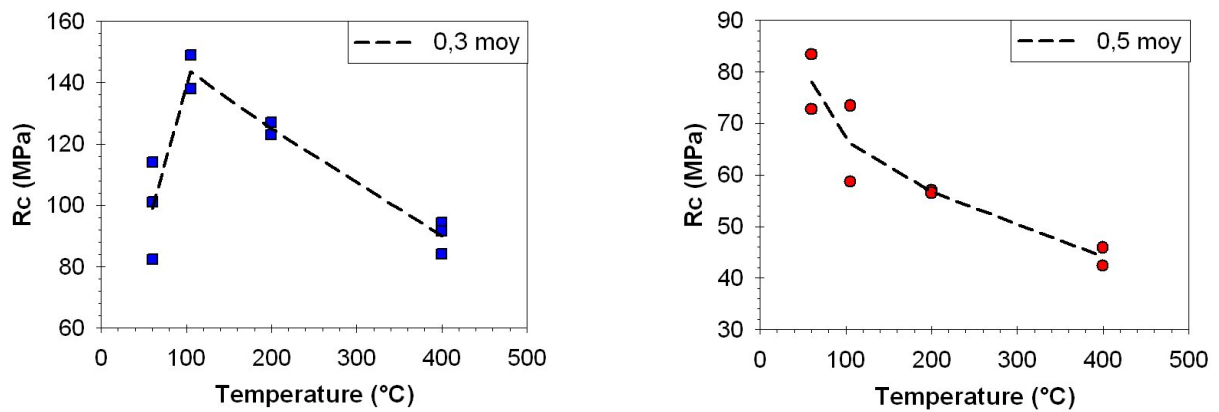


FIGURE 8.7 – Évolution de la résistance en compression simple des deux pâtes en fonction du traitement thermique subi.

- une augmentation des tensions superficielles du fait d'un départ d'eau adsorbée [160].
- une mise en précontrainte du squelette due à la dépression capillaire induite par le séchage [117].

Cet effet est visible pour la Pdc03 ; toutefois cela ne signifie pas que ce phénomène n'ait pas lieu pour la Pdc05 mais cette dernière étant davantage affectée par le séchage, ce gain de résistance est masqué par une dégradation plus importante. Ce résultat a déjà été observé par [163] entre deux mortiers d'e/c 0,5 et 0,8 , le 0,8 étant plus endommagé par le séchage et ne montrant pas de gain de résistance. Il est intéressant de noter que l'évolution normalisée de la résistance à partir de 105 °C (au travers du rapport  $R_c/R_{c_{105}}$ ) est alors la même pour les deux pâtes (voir figure 8.8).

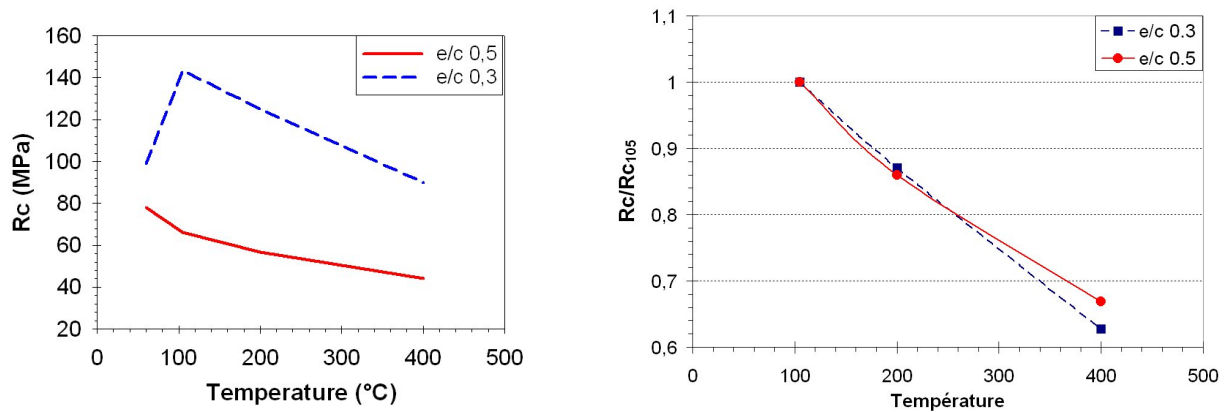


FIGURE 8.8 – Comparaison de l'effet du traitement thermique sur la résistance en compression simple des deux pâtes, à gauche en absolu, à droite normalisé par la raideur à 105°C.

### Influence de la taille des échantillons

Nous avons montré au 3.2.1 que les modules d'Young obtenus sur les échantillons de 20 et 37 mm de diamètre différaient. Cela avait été imputé à un effet de structure lié au séchage, plus présent pour les échantillons  $\Phi 37$ . Il est intéressant d'observer la différence de raideur obtenue pour ces deux dimensions (voir tableau 8.9).

T (°C)	N° éch.	h (mm)	$\Phi$ (mm)	E (GPa)	$E_{moy}$ (GPa)	coeff variation
105	2.15	69,8	36,2	13,8	13,2	4,5 %
	2.16	69,6	36,2	12,6		
200	2.25	69,6	36,0	8,8	9,3	5,4 %
	2.26	69,3	35,9	9,8		
400	2.45	68,8	35,4	7,2	7,0	2,9 %
	2.46	68,5	35,5	6,8		

FIGURE 8.9 – Résultats de compression simple sur des échantillons e/c 0,5 de diamètre 37 mm pour différents traitements thermiques.

On compare ces évolutions sur la figure 8.10. On observe ainsi un impact important de la taille sur les résultats obtenus et sur les variations du module. En effet on ne retrouve pas de raidissement de la pâte au dessus de 200 °C mais un endommagement thermique continu. L'effet du raidissement des CSH évoqué plus haut est ici totalement gommé par l'endommagement thermique. Encore une fois l'état initial de dégradation dû au séchage plus important et des effets de structure permettent de comprendre qualitativement cette différence.

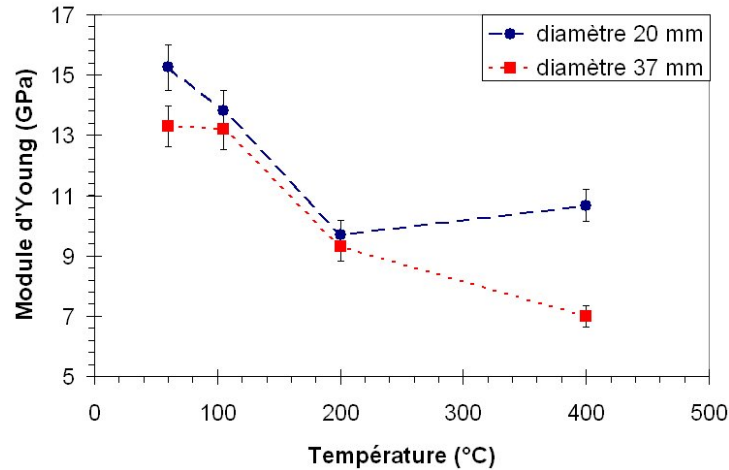


FIGURE 8.10 – Comparaison de l'évolution du module d'Young suite aux traitements thermiques pour les deux dimensions d'échantillons.

### 8.2.2 Résultats de micro-indentation

Au vu des résultats précédents, et notamment le raidissement de la pâte après  $200^{\circ}\text{C}$  et les possibles effets de structure, nous avons voulu confirmer ces résultats par un essai complémentaire. Aussi nous avons utilisé une expérience plus locale : l'essai de micro-indentation.

#### Principe de l'essai

Les essais sont effectués sur des échantillons Pdc05 de 15 mm de hauteur et 37 mm de diamètre. Ces échantillons ont été carottés puis tronçonnés à la hauteur souhaitée et enfin polis pour obtenir des surfaces planes. Les essais ont été réalisés sur un système MICROPE. Un indenteur plat cylindrique d'1 mm de diamètre applique un effort  $F$  sur la surface de l'échantillon, en différents points, et l'on mesure le déplacement vertical de l'indenteur. On obtient ainsi une courbe Force-Déplacement que l'on interprète par l'équation de Boussinesq (1885) qui relie, pour un milieu élastique isotrope semi-infini soumis à un indenteur plat circulaire, le chargement au déplacement de l'indenteur par :

$$-\frac{dF}{de} = \frac{E.D}{1-\nu^2} \quad (8.1)$$

En estimant le coefficient de Poisson (pris égal à 0,2 ici), le module d'Young peut ainsi être déterminé par la tangente de la courbe de décharge élastique.

On réalise ainsi sur chaque échantillon un quadrillage (voir figure 8.13) et l'on enregistre la courbe force-déplacement en chaque point de ce quadrillage. Une condition pour assurer que la mesure en un point n'est pas affectée par un essai précédent réalisé en un point voisin est d'utiliser un espacement minimal entre les points égal à 5 fois le diamètre de l'indenteur. Ici nous avons ainsi utilisé 9 mesures par échantillon.

#### Résultats

Nous avons réalisé des essais pour les températures de 60, 105, 200, 300 et  $400^{\circ}\text{C}$  sur des pâtes de ciment d'e/c 0,5. Ce test a l'avantage de permettre de mesurer la valeur locale du module d'Young afin d'observer d'éventuelles fluctuations de ce module. Pour chaque échantillon, les résultats montrent une faible dispersion ( $\simeq 5\%$ ) autour d'une valeur moyenne : le matériau est donc bien homogène à l'échelle de l'indenteur. La figure 8.15 montre l'évolution

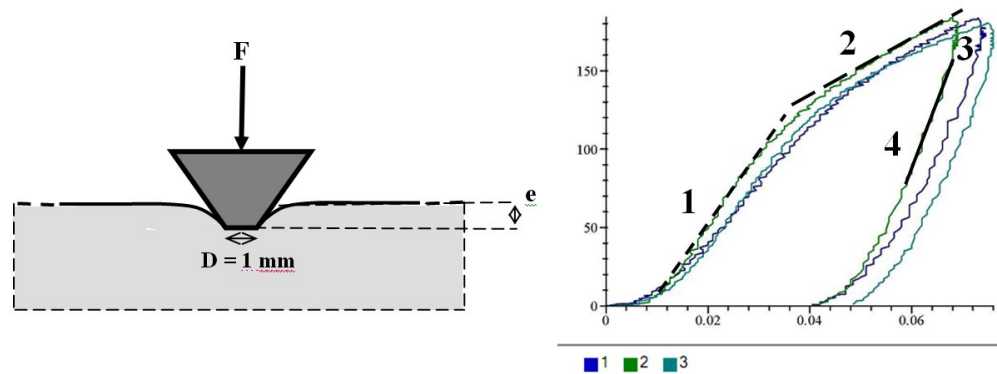


FIGURE 8.11 – Principe de l'essai de micro-indentation. A gauche, l'indenteur applique un effort  $F$  sur la surface de l'échantillon. A droite, la courbe force-déplacement obtenue. 1 : une zone élastique ; 2 : une zone élasto-plastique ; 3 : une zone de relaxation ; 4 : décharge.

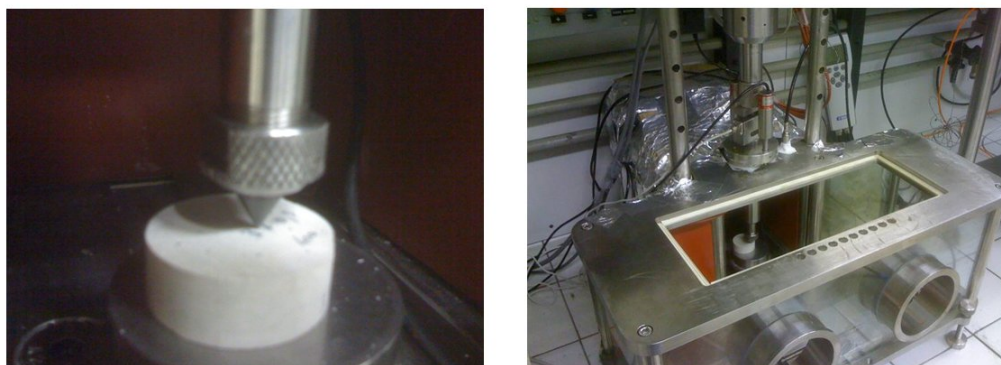


FIGURE 8.12 – Dispositif expérimental de micro-indentation.

## 8.2 Évolution expérimentale des propriétés mécaniques

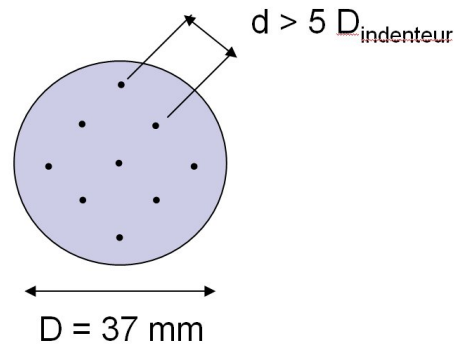


FIGURE 8.13 – Points de mesure utilisés pour la détermination du module d'Young.

Température ( $^{\circ}C$ )	60	105	200	300	400
E (GPa)	9,5	8,4	6,2	6,3	7,1
dispersion	4 %	6 %	4 %	4 %	7 %

FIGURE 8.14 – Résultats de micro-indentation sur pâtes de ciment e/c 0,5 pour différents traitements thermiques.

du module d'Young mesuré en fonction du traitement thermique. On obtient ainsi la même variation que pour les échantillons  $\Phi 20$ , à savoir une diminution de la raideur jusqu'à  $200^{\circ}C$  puis un raidissement au-delà. Toutefois les raideurs obtenues sont bien inférieures à celles obtenues en compression simple. Néanmoins si l'on normalise, pour chaque essai, les modules d'Young

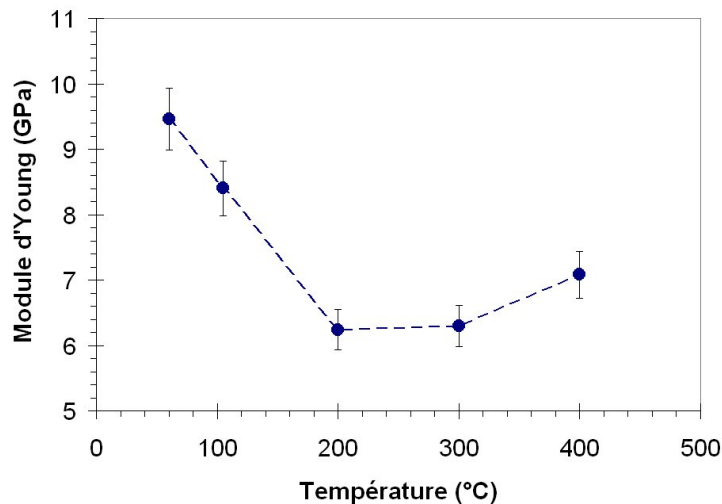


FIGURE 8.15 – Évolution du module d'Young mesuré par micro-indentation en fonction du traitement thermique.

mesurés par le module mesuré à  $60^{\circ}C$ , on trouve que les évolutions sont similaires (voir figure 8.16). On peut alors se poser la question de la différence de raideur mesurée par les 2 essais. On peut l'imputer à une dégradation non-homogène due au séchage. Lors du séchage, un gradient hydrique apparaît et la surface des échantillons se microfissure. Les échantillons ont donc une surface plus dégradée que leur cœur ; or c'est bien cette surface que l'indenteur sollicite. Au contraire, l'essai de compression simple est un essai global où la dégradation due au séchage et aux traitements thermiques est moyennée sur le volume total de l'échantillon. Retenons que

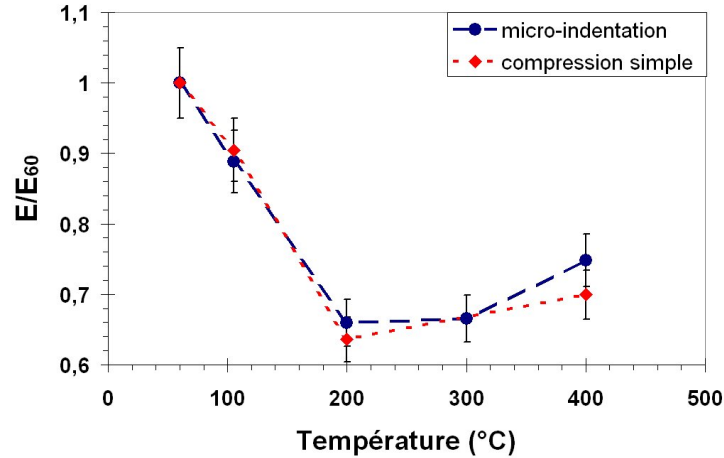


FIGURE 8.16 – Évolution du module d'Young mesuré par micro-indentation en fonction du traitement thermique.

les deux essais exhibent le même comportement : un assouplissement puis un raidissement du matériau.

### 8.2.3 Résultats des essais poro-mécaniques

On utilise ici les techniques et la procédure présentées au 2.1.2 pour étudier l'évolution des propriétés poro-mécaniques suite aux traitements thermiques. Nous testons ici la Pdc05 pour les traitements thermiques de 200 et 400 °C et nous comparerons les résultats obtenus à ceux mesurés sur les échantillons séchés à 60°C (voir le tableau 3.24). Les échantillons testés sont les suivants :

T (°C)	N° éch.	h (mm)	$\Phi$ (mm)
200	5.21	39,1	19,6
	5.22	39,3	19,5
400	5.41	38,8	19,2
	5.42	38,8	19,1
	5.43	38,6	19,1
	5.44	36,7	18,9

FIGURE 8.17 – Échantillons testés en poro-mécanique.

### 8.2.4 Évolution du module de compressibilité $K_b$

Les résultats pour  $K_b$  obtenus pour les températures de 200 et 400 °C sont présentés sur les figures 8.18 et 8.19. On peut observer que les modules mesurés fluctuent autour d'une valeur moyenne, mais que la pression de confinement n'a pas d'effet significatif sur l'évolution de  $K_b$ .

On peut alors comparer les valeurs moyennes obtenues à celles de l'état de référence (voir figure 8.20). On observe ainsi une légère diminution du module de compressibilité avec la température de traitement. Ce module baisse en effet de 8 % à 200°C et 16 % à 400 °C. Cette faible variation est visible quand on regarde les déformations volumiques mesurées pour les différentes températures (figure 8.21). On obtient ainsi trois courbes assez proches. On peut noter l'absence de non-linéarité pour des confinements supérieurs à 3 MPa et des pentes relativement constantes pour chaque échantillon.

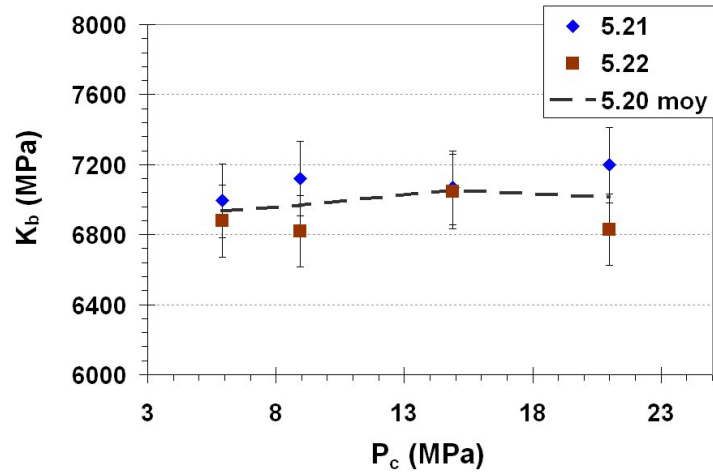


FIGURE 8.18 – Évolution du module de compressibilité  $K_b$  pour un traitement thermique à 200 °C en fonction de la pression de confinement  $P_c$ .

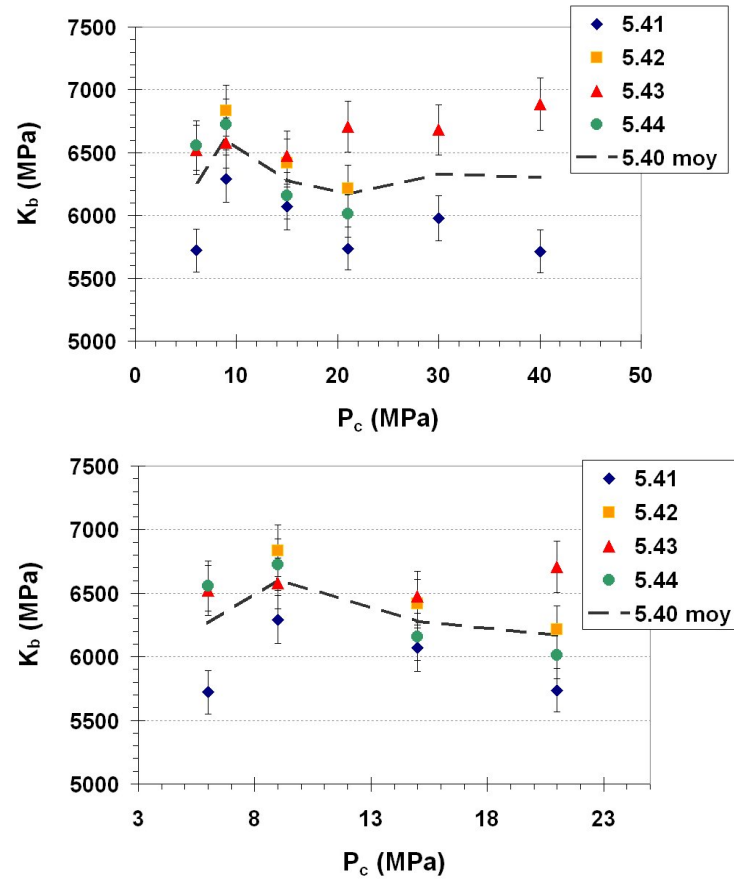


FIGURE 8.19 – Évolution du module de compressibilité  $K_b$  pour un traitement thermique à 400 °C en fonction de la pression de confinement  $P_c$ . En haut, jusqu'à 40 MPa, en bas jusqu'à 21 MPa.



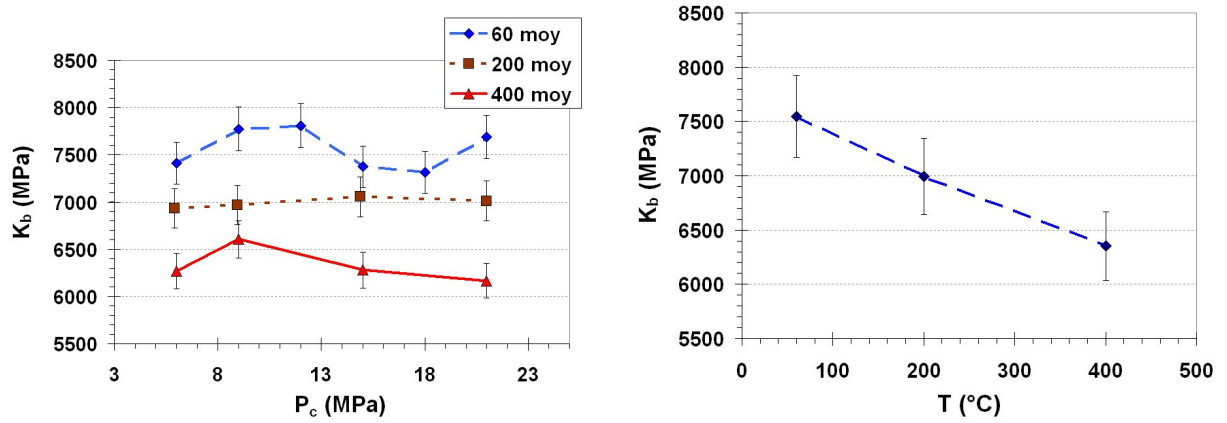


FIGURE 8.20 – Évolution du module de compressibilité  $K_b$  en fonction du traitement thermique.

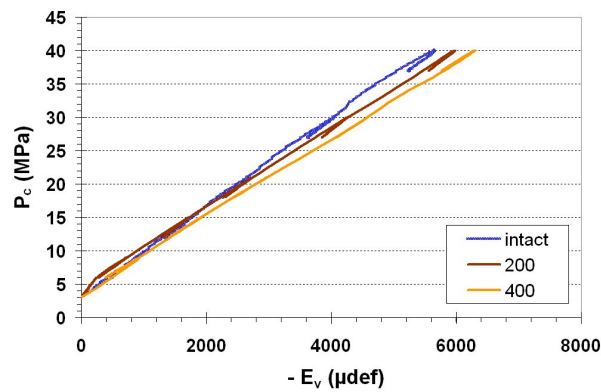


FIGURE 8.21 – Déformations volumiques mesurées pour les 3 gammes de température à partir d'un confinement de 3 MPa.

### Évolution du module $H$

On compare ici les résultats obtenus sur la mesure du module  $H$  (voir 2.1.2 pour la procédure de mesure). De même que pour  $K_b$ , on n'observe pas d'influence significative de la pression

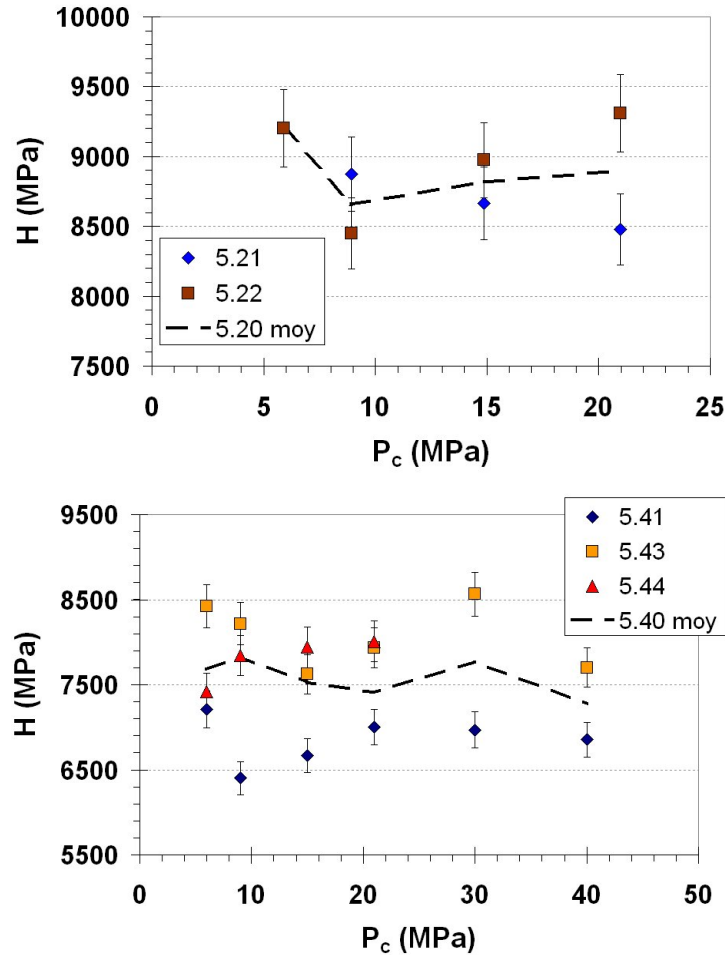


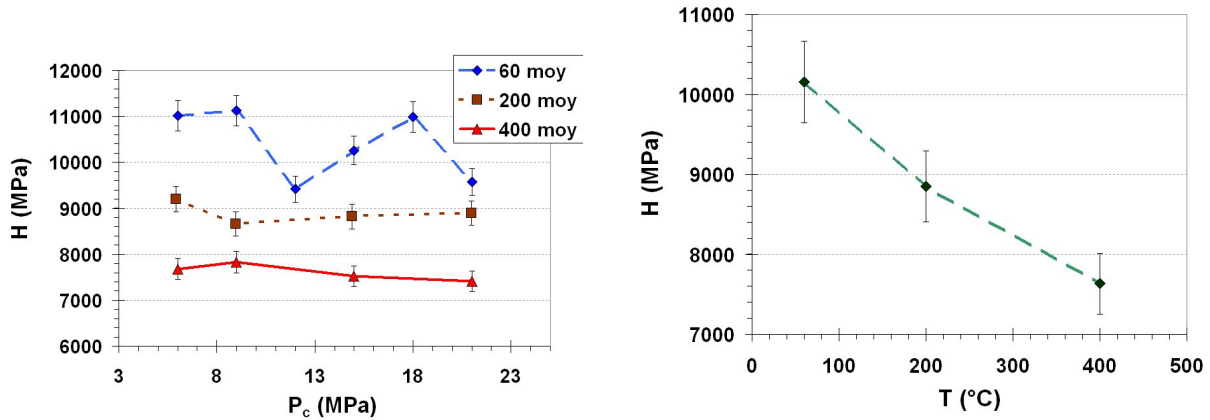
FIGURE 8.22 – Évolution du module  $H$  pour un traitement thermique à 200 (en haut) et 400 (en bas) °C en fonction de la pression de confinement  $P_c$ .

de confinement sur le module  $H$  dans la gamme de confinement utilisée. On peut de nouveau comparer les valeurs obtenues pour les différents traitements thermiques (figure 8.23). On obtient une diminution de ce module de 13 % à 200 °C et de 25 % à 400 °C.

### Bilan des résultats poro-mécaniques

Après avoir mesuré les modules  $K_b$  et  $H$  on peut calculer le module de compressibilité de la matrice solide  $K_s$  et le coefficient de Biot  $b$  (voir formules 1.11 et 2.10). Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 8.24.

Le traitement thermique entraîne une diminution de  $K_b$  et  $H$  et une augmentation de  $K_s$  et  $b$ . On peut aussi comparer le module d'Young calculé à partir des essais poro-mécaniques ( $E_{calc} = 3K_b(1 - 2\nu)$ ) avec le module d'Young obtenu en compression simple. On obtient alors un bon accord entre ces 2 valeurs pour les échantillons séchés à 60°C. Cela paraît normal étant donné que le séchage a peu endommagé ces échantillons et le confinement n'a que peu d'effet raidisseur par fermeture de microfissures. Au contraire, on observe un écart important pour 200 et 400 °C. Ces échantillons ont été endommagés par le traitement thermique, on pourrait donc


 FIGURE 8.23 – Évolution du module  $H$  en fonction du traitement thermique.

T (°C)	$K_b$ (GPa)	$H$ (GPa)	$K_s$ (GPa)	$b$	$E_{calc}$ (GPa)	$E_{comp}$ (GPa)
60	7,5	10,2	29,4	0,74	14,7	15,3
200	7,0	8,9	33,3	0,79	13,6	9,7
400	6,4	7,6	37,9	0,83	12,4	10,7

T (°C)	$K_b/K_{b60}$	$H/H_{60}$	$K_s/K_{s60}$	$b/b_{60}$	$E_{comp}/E_{comp60}$
60	1	1	1	1	1
200	0,93	0,87	1,13	1,06	0,63
400	0,84	0,75	1,29	1,12	0,70

FIGURE 8.24 – Bilan des essais poro-mécaniques.

dire qu'une forte microfissuration est présente et que le confinement raidit ainsi le matériau en fermant ces fissures. Toutefois deux remarques s'imposent alors :

1. les modules mesurés ne sont pas sensibles au confinement.
2. on a :  $K_{b200} > K_{b400}$  alors que  $E_{200} < E_{400}$ .

On peut répondre à la première remarque que les microfissures évoquées pour expliquer la différence de raideur entre les 2 essais sont des microfissures qui sont refermées immédiatement dès l'application d'un confinement suffisant. Ici les modules présentés sont mesurés à partir d'un confinement de 6 MPa en réalisant une décharge de 3 MPa. On peut alors comprendre ces 2 résultats à priori contradictoires par une fermeture de ces microfissures pour des confinements inférieurs à 6 MPa. D'ailleurs, si l'on s'intéresse aux déformations mesurées par les jauges à ces faibles confinements, il semble que cette explication se vérifie. On observe en effet sur la figure 8.25 des non-linéarités fortes dans la réponse des jauges pour cette gamme de confinements. Alors que l'on applique un confinement, les jauges exhibent une déformation positive (il y a allongement). Cet allongement peut se concevoir par un réarrangement de la microstructure dû au confinement qui entraîne des allongements locaux provoqués par des fermetures de microfissures. Cette situation est imaginable du fait d'un effet de structure, les bords des échantillons étant davantage fissurés comparativement à leur cœur.

Pour la seconde remarque, il est difficile de comprendre ce résultat. Il pourrait s'expliquer par une variation du coefficient de Poisson  $\nu$  avec la température. On peut aussi discuter la valeur moyenne obtenue sur deux échantillons, même si cette tendance semble se confirmer. On peut alors penser que l'effet de raidissement observé après 200 °C en compression simple et imputé à un raidissement des CSH est masqué par l'effet raidisseur du confinement qui referme des microfissures. On peut imaginer que l'endommagement thermique est bien plus important à 400 °C. En compression simple il avait été masqué par un raidissement des hydrates. Ici, le

### 8.3 Évolution expérimentale des propriétés mécaniques

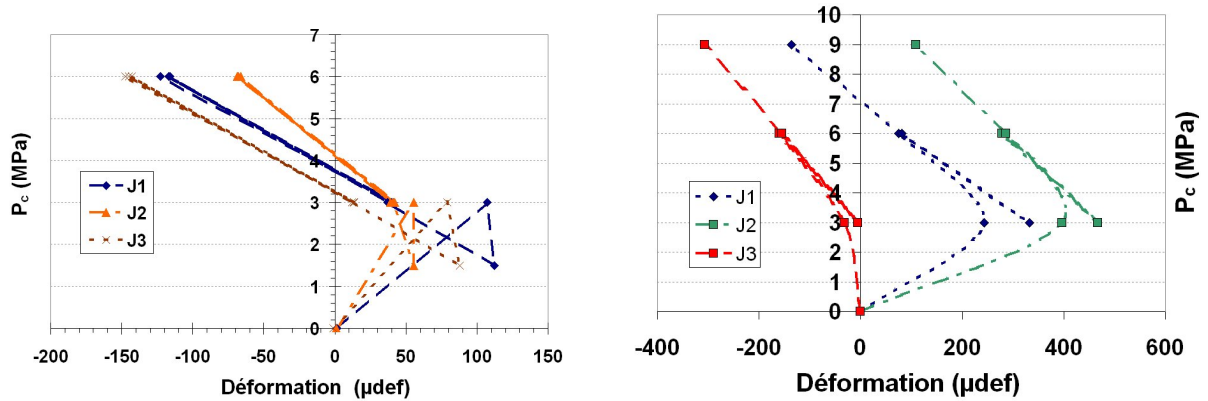


FIGURE 8.25 – Réponse des jauges à des confinements entre 0 et 9 MPa pour un échantillon traité à 200°C à gauche, 400 °C à droite.

confinement gomme l'endommagement thermique, qui est plus facilement compensable pour les échantillons exposés à 200 °C du fait d'une dégradation moins grande. Néanmoins, cela implique que l'endommagement thermique des échantillons à 400°C n'est que partiellement sensible au confinement, car sinon, étant donné le raidissement des hydrates, on devrait obtenir un module  $K_b$  qui dépasse aussi celui à 200°C. Finalement ce résultat est explicable si l'on considère deux types d'endommagement thermique :

- un endommagement thermique sensible au confinement : l'application d'une contrainte hydrostatique de faible amplitude (inférieure à 6 MPa) gomme cet endommagement.
- un endommagement thermique non-sensible au confinement.

Les échantillons exposés à 200°C connaîtraient davantage le premier type d'endommagement alors que le deuxième type d'endommagement toucherait davantage ceux à 400°C.

Pour finir il est intéressant de comparer les résultats obtenus avec ceux de [31] sur le mortier M58. En effet pour ce mortier la baisse du module de compressibilité est de 21 % à 200°C et 44 % à 400°C. De plus le confinement a un effet important sur la valeur de ce module pour les échantillons traités. Il semble donc que la nature de la dégradation thermique entre les deux matériaux soit bien différente.

#### Validité des mesures poro-mécaniques

Nous nous interrogeons ici sur la validité des exploitations réalisées. En effet une hypothèse importante pour le calcul des différents modules poro-élastiques est l'hypothèse d'isotropie. Elle était vérifiée pour les échantillons intacts, il convient de s'assurer qu'elle l'est encore. On observe sur la figure 8.26 que la réponse des jauges est relativement uniforme pour les deux traitements thermiques à 200 et 400 °C. L'hypothèse d'isotropie est ainsi bien vérifiée pour des confinements supérieurs à 3-6 MPa, permettant la fermeture d'éventuelles microfissures. On peut se rendre compte de cette isotropie en observant la réponse des jauges tout au long de l'essai poro-mécanique sur la figure 8.27. Ainsi l'amplitude de réponse des jauges vis à vis d'une sollicitation (variation du confinement ou de la pression interstitielle) est similaire pour des confinements supérieurs à 3-6 MPa. Les écarts d'amplitude de déformation observés sont dus à une différence de réponse des jauges lors de la mise sous confinement à 3 MPa ; différence imputée à une fermeture de microfissures.

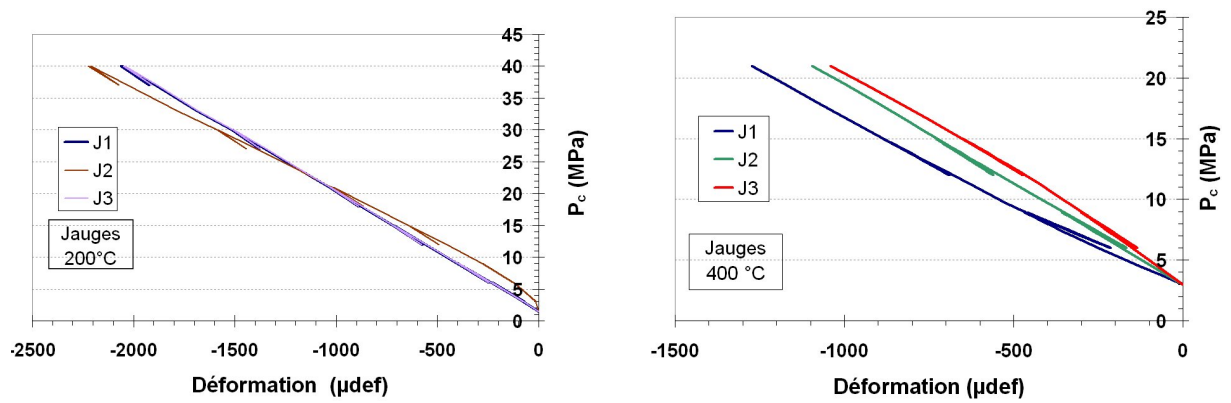


FIGURE 8.26 – Réponse des jauges lors de l'essai poro-mécanique pour un échantillon traité à 200°C à gauche, 400 °C à droite.

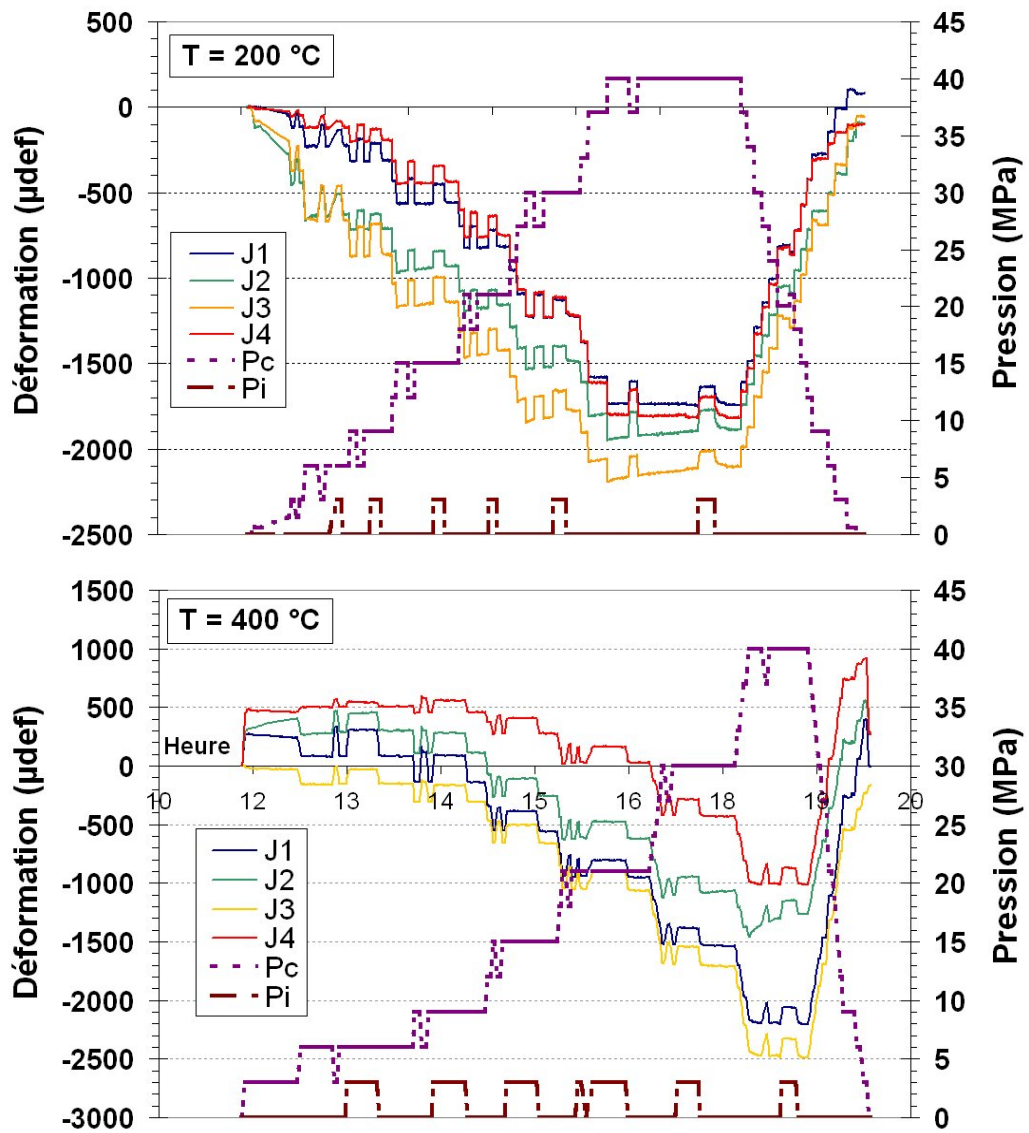


FIGURE 8.27 – Réponse des jauges lors de l'essai poro-mécanique pour un échantillon traité à 200°C en haut, 400 °C en bas.

### 8.3 Évolution expérimentale des propriétés de transport

On s'intéresse maintenant à l'effet des hautes températures sur les propriétés de transport de la Pdc05 en priorité, en étudiant l'évolution de la perméabilité et de la porosité.

#### 8.3.1 Évolution de la porosité

Commençons par étudier l'effet des hautes températures sur la porosité. Nous utiliserons ici les deux techniques de mesure de porosité présentées au 5.1.1 : la saturation à l'eau et la mesure au gaz sous confinement.

##### Mesure par saturation à l'eau

Nous effectuons la mesure sur des pastilles de diamètre 37 mm et 15 mm de hauteur de Pdc03 et Pdc05 chauffées à 400 °C et des Pdc05 chauffées à 105 et 200 °C de 20 mm de diamètre et 70 mm de haut. Nous comparerons ces résultats à ceux obtenus à 60°C. Les résultats sont présentés dans le tableau 8.28. Comparons notamment les résultats obtenus à 60 et 400 °C pour les deux

e/c	T (°C)	N° éch.	$\Phi$ (mm)	H (mm)	$\varphi$ (%)	$\varphi_{moy}$ (%)	variation
0,3	400	1.47	36,2	14,9	37,2	36,6	1,5 %
		1.47	36,2	14,9	36,1		
0,5	105	2.107	36,2	69,6	40,8	47,9	0 %
	200	2.27	35,9	69,3	43,0		
	400	2.47	36,6	14,9	47,9		
		2.48	36,8	14,5	47,8		

FIGURE 8.28 – Résultats de mesure de porosité par saturation à l'eau sur des échantillons de pâte de ciment traités thermiquement pour deux rapports e/c de 0,3 et 0,5 .

e/c. On constate bien sur la figure 8.29 une augmentation forte de la porosité obtenue par cet essai. La figure 8.30 montre l'évolution de la porosité de la Pdc05 en fonction de la température

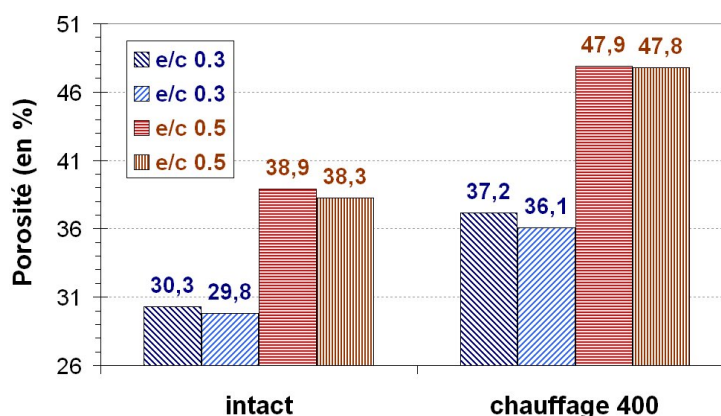


FIGURE 8.29 – Évolutions de la porosité entre 60 et 400 °C obtenues par l'essai de saturation à l'eau.

de traitement. On observe une augmentation continue quasi-linéaire de la porosité en fonction du traitement thermique. Cette augmentation pourrait s'expliquer par l'endommagement thermique qui a rendu accessible des pores initialement occlus. Toutefois la porosité mesurée initialement sur les échantillons secs correspond à la porosité attendue de ces matériaux, il ne semble donc pas que la présence de pores occlus explique ce résultat.

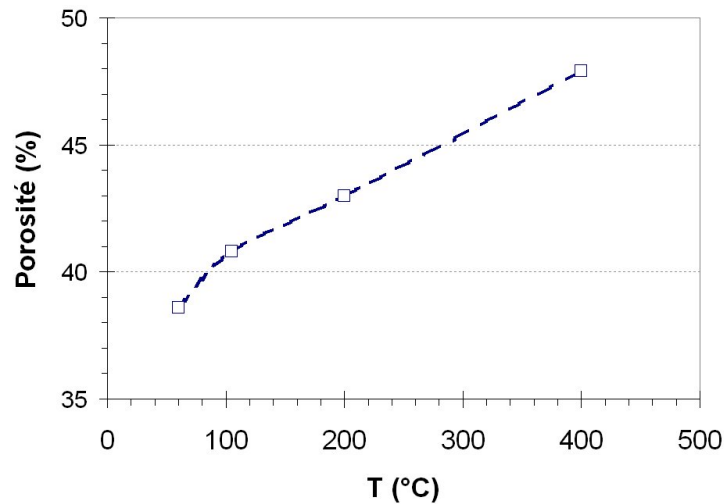


FIGURE 8.30 – Évolution de la porosité de la Pdc05 en fonction de la température de traitement obtenue par l'essai de saturation à l'eau.

On peut penser à une possible hydratation des échantillons traités, soit par hydratation de produits de déshydratation ou de grains anhydres rendus accessibles des fissures. La question est alors de savoir si la valeur de la porosité obtenue lors de la saturation est bien représentative de la porosité des échantillons.

### Mesure de porosité sous confinement

Au vu des résultats obtenus par l'essai précédent et les questions soulevées, il est intéressant d'utiliser un essai où le fluide saturant est un gaz inerte à la pâte (voir la procédure d'essai au 5.1.1). Nous présentons donc ici des résultats obtenus sur des échantillons de Pdc05 de 20 mm de diamètre et 70 mm de haut pour différents traitements thermiques. De plus, deux jauges de déformation permettent de suivre la déformation volumique des échantillons en fonction du confinement. Du fait de l'endommagement des échantillons, deux jauges ne suffisent finalement pas à obtenir une valeur précise de la déformation volumique. Il faudra donc davantage retenir les variations que les valeurs absolues. Une instrumentation plus fine de cet essai (telle celle utilisée pour la mesure des propriétés poro-élastiques) et des essais complémentaires seraient donc nécessaires. La figure 8.31 montre les résultats obtenus pour deux échantillons de pâte Pdc05 traités à 400 °C. On obtient ainsi une évolution quasi-linéaire de la déformation volumique et de la porosité avec le confinement. La porosité diminue mais dans des proportions faibles relativement compatibles avec la théorie des milieux poreux (voir 5.1.1). La variation de porosité est de l'ordre ici de la déformation volumique, et elle est proche pour les 2 échantillons (voir figure 8.32). Surtout, la valeur de porosité après décharge en confinement est semblable à la valeur initiale avant chargement. Il n'y a donc pas ici de déconnexion irréversible de vides dus au confinement contrairement aux résultats obtenus par [30] sur le mortier M58 où un emprisonnement de volumes de vides pour les échantillons traités a été mis en évidence. Cette disparition de vides suite au confinement a été expliquée par un effondrement irréversible du réseau poreux qui vient déconnecter des pores initialement connectés par des fissures. Or ici on n'observe pas ce phénomène. Cet effet de déconnexion est donc dû à un effet d'échelle lié à la présence des grains de sable. Cela confirme les premières différences obtenues pour les propriétés mécaniques et confirme que la nature de la dégradation thermique du mortier est bien différente de celle de la pâte.



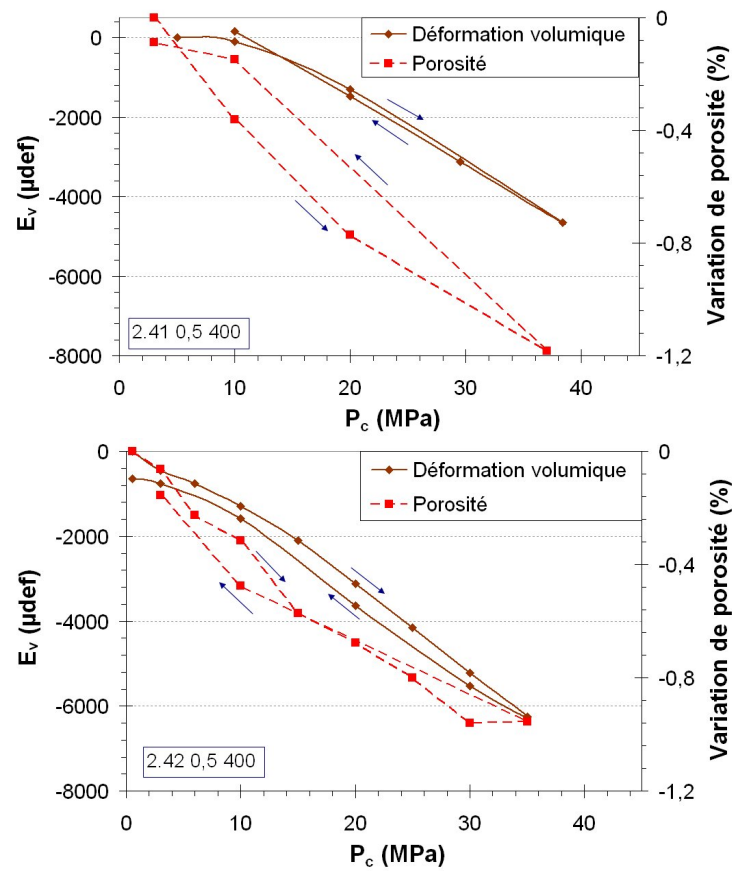


FIGURE 8.31 – Évolution de la porosité et de la déformation volumique en fonction du confinement pour deux échantillons de Pdc05 traités à  $400^\circ\text{C}$ . On exprime ici la variation de porosité par rapport à la porosité à un confinement initial faible (3 MPa pour l'échantillon 2.41 ou 0,55 MPa pour l'échantillon 2.42).

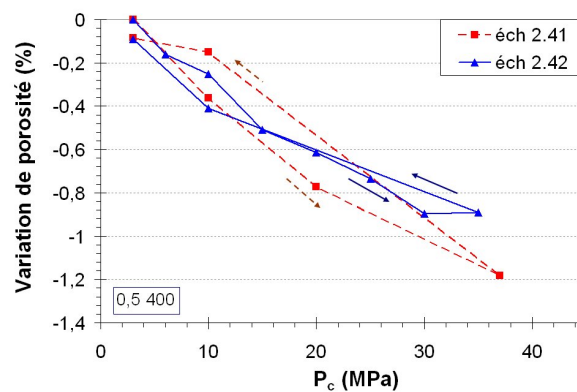


FIGURE 8.32 – Comparaison de la variation de porosité sous confinement pour les échantillons 2.41 et 2.42 traités à  $400^\circ\text{C}$ . On exprime ici la variation de porosité par rapport à la porosité à un confinement initial de 3 MPa.



### 8.3.2 Évolution de la perméabilité

Après l'étude des effets de la température sur la porosité nous étudions ici ses effets sur la perméabilité du matériau. Nous avons donc réalisé les mêmes essais qu'au 5.2.1. Nous présentons tout d'abord les résultats obtenus sur les échantillons de diamètre 37 mm , puis sur ceux de 20.

#### Échantillons $\Phi$ 37

Les échantillons testés sont les suivants :

T ( $^{\circ}C$ )	N $^{\circ}$ éch.	$\Phi$ (mm)	H (mm)
105	4.101	36,1	69,7
200	4.21	35,9	69,3
	4.22	36,0	69,7
400	4.41	35,3	68,6
	4.42	35,5	68,5

FIGURE 8.33 – Échantillons de Pdc05 utilisés pour la mesure de perméabilité pour différents traitements thermiques.

Les résultats pour les échantillons traités à  $200^{\circ}C$  sont présentés sur la figure 8.34. On observe, tout comme pour ceux séchés à  $60^{\circ}C$ , un bon accord entre les 2 échantillons testés pour un confinement supérieur à 3 MPa. De même, la perméabilité diminue sous confinement. Par ailleurs, des cycles de charge-décharge montrent une réversibilité de la mesure. Les résultats pour les échantillons à  $400^{\circ}C$  appellent les mêmes remarques (voir figure 8.35).

Pour finir, il est intéressant d'étudier l'évolution de la valeur de la perméabilité en fonction de la température (figure 8.37). La perméabilité à  $105^{\circ}C$  est similaire à celle à  $60^{\circ}C$ . Par contre pour 200 et  $400^{\circ}C$  on observe un changement d'ordre de grandeur de la perméabilité, celle ci étant multipliée respectivement par 34 et 292. De plus, même si la perméabilité est sensible au confinement pour 60 et  $105^{\circ}C$ , elle l'est encore davantage à 200 et  $400^{\circ}C$ . Cela peut s'interpréter par une microfissuration importante des échantillons. Toutefois nous n'avons pas obtenu pour le module de compressibilité une sensibilité au confinement pour des confinements supérieurs à 3-6 MPa. La variation de la perméabilité observée pour des confinements supérieurs doit donc s'interpréter par des mécanismes n'affectant pas les propriétés mécaniques. D'autres explications sont ainsi possibles pour expliquer cette sensibilité au confinement :

- une diminution de la taille des pores.
- une diminution de la perméabilité d'interface introduite au 5.2.2.
- une fermeture mécanique totale des microfissures à 3-6 MPa mais une fermeture hydraulique partielle de ces fissures pour ces confinements. Des confinements supérieurs permettent alors, sans effet sur la mécanique, de davantage fermer hydrauliquement ces fissures.

Ce dernier point proposé se justifie par la rugosité de la surface des fissures. Sous confinement, les lèvres d'une fissure peuvent revenir en contact tout en conservant des passages sensibles au confinement et perméables à un fluide (voir schéma 8.38).

#### Échantillons $\Phi$ 20

Nous présentons maintenant les résultats obtenus sur les échantillons de 20 mm de diamètre et 40 mm de haut (les mêmes dimensions que les échantillons testés en poro-mécanique). Les échantillons testés sont présentés dans le tableau 8.39.

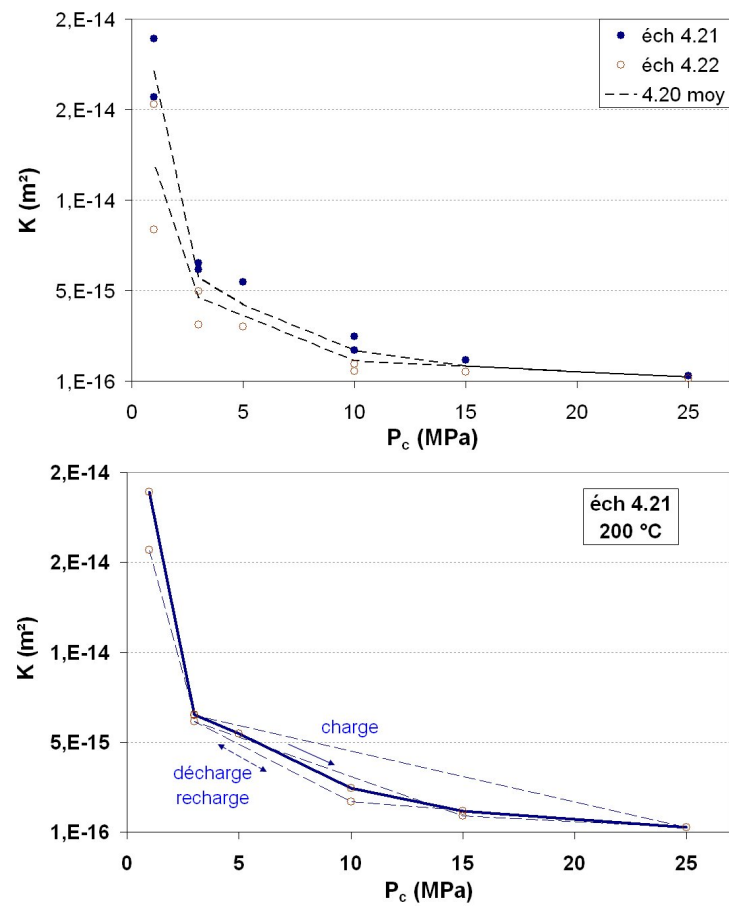


FIGURE 8.34 – Variations de la perméabilité en fonction du confinement pour les 2 échantillons traités à  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . En bas, cycle de charge-décharge-recharge-décharge.

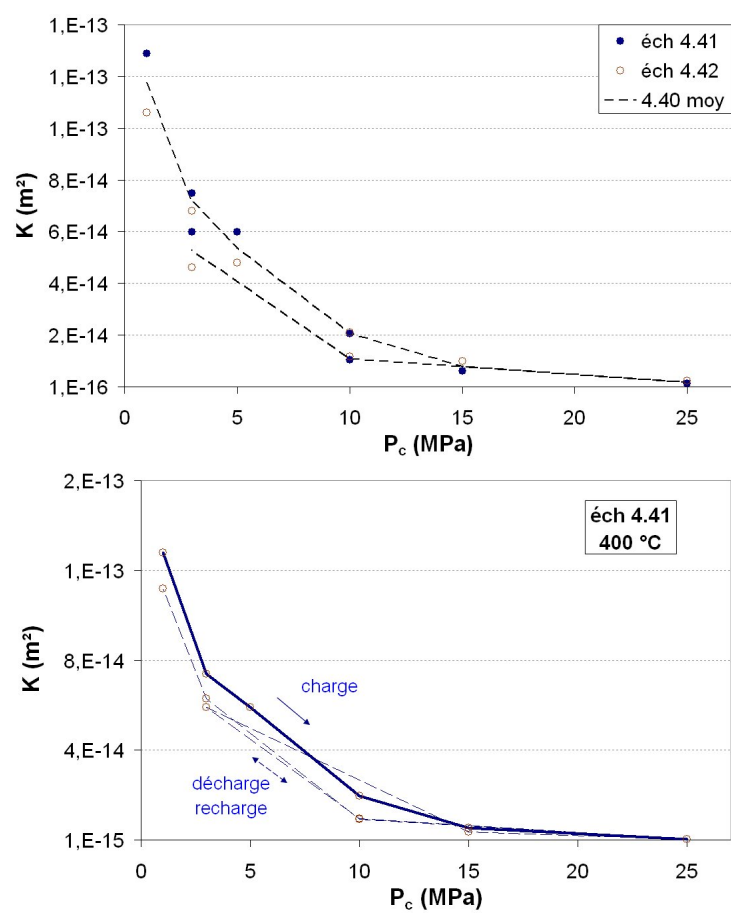


FIGURE 8.35 – Variations de la perméabilité en fonction du confinement pour les 2 échantillons traités à 400 °C. En bas, cycle de charge-décharge-recharge-décharge.

## 8.4 Analyse multi-échelle de l'effet des hautes températures

T (°C)	60	105	200	400
K (m <sup>2</sup> ) à P <sub>c</sub> = 15 MPa	2,77.10 <sup>-17</sup>	2,46.10 <sup>-17</sup>	9,44.10 <sup>-16</sup>	8,08.10 <sup>-15</sup>
K/K <sub>60</sub>	1	0,88	34	292

FIGURE 8.36 – Valeurs de la perméabilité mesurée pour un confinement P<sub>c</sub> de 15 MPa.

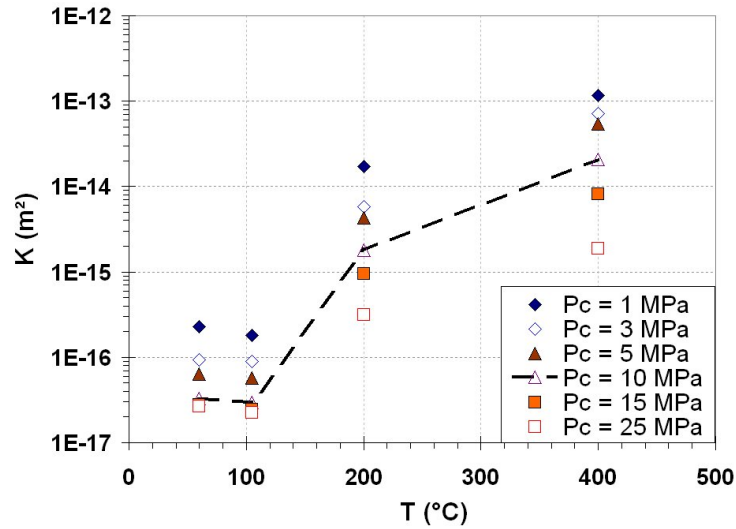


FIGURE 8.37 – Évolution de la perméabilité en fonction de la température et influence de la pression de confinement.

Comme précédemment, les résultats pour deux échantillons ayant subi le même traitement thermique sont relativement proches. On peut alors comparer les résultats pour les deux tailles d'échantillon (figure 8.40). On observe ainsi des valeurs de perméabilité assez proches pour des températures  $\leq 105^\circ\text{C}$ . Par contre, pour des températures supérieures, des effets de structure très importants apparaissent et la fissuration des échantillons  $\Phi 37$  est bien plus forte, ce qui donne des écarts de perméabilité de deux ordres de grandeur. Cette différence explique les écarts constatés en compression simple pour ces températures (voir la figure 8.10).

## 8.4 Analyse multi-échelle de l'effet des hautes températures

Nous avons étudié expérimentalement plus haut l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport de la Pdc05 principalement. Nous pouvons rappeler les résultats majeurs :

- une diminution du module d'Young jusqu'à  $200^\circ\text{C}$  suivie d'un raidissement de la pâte entre  $200$  et  $400^\circ\text{C}$ .
- une diminution continue de la résistance en compression simple.
- une diminution du module de compressibilité  $K_b$ , une augmentation de  $K_s$  et du coefficient de Biot  $b$  ainsi qu'une non sensibilité au confinement de ces propriétés.
- une augmentation de la porosité.
- un changement d'ordre de grandeur de la perméabilité à  $400^\circ\text{C}$ . Cette dernière est, pour toutes les températures, sensible au confinement.

Nous avons soulevé au 8.2.4 des résultats non attendus, à savoir une augmentation de la raideur de la pâte entre  $200$  et  $400^\circ\text{C}$  alors que la compressibilité diminue. Une analyse micromécanique de ce résultat est délicat et nous n'avons pas réussi à l'expliquer ici. Des essais

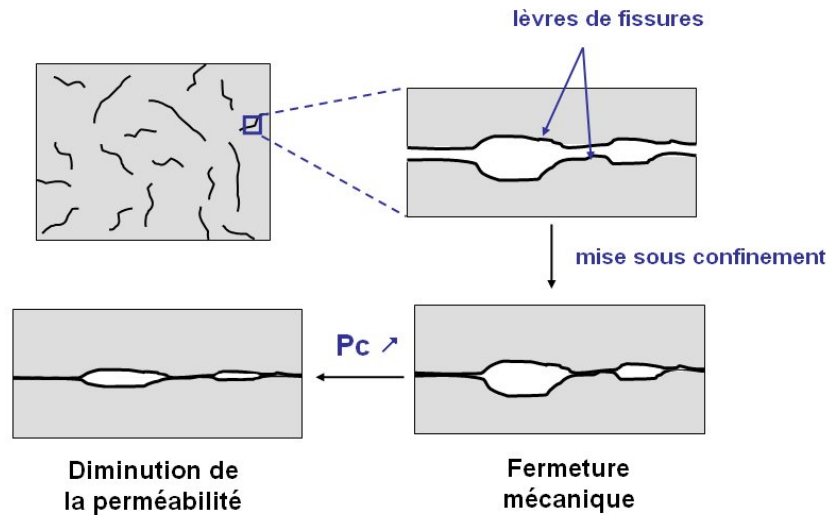


FIGURE 8.38 – Mécanisme possible de fermeture de fissures sous confinement. Du fait de la rugosité des lèvres des fissures, sous confinement, elles conservent des zones de passage de fluide dont la taille varie avec le confinement, sans affecter les propriétés élastiques.

T (°C)	N° éch.	$\Phi$ (mm)	H (mm)
105	4.102	19,5	39,7
	4.103	19,8	39,7
200	4.23	19,7	39,5
	4.24	19,7	39,3
400	4.43	19,3	38,8
	4.44	19,3	38,8

FIGURE 8.39 – Échantillons de Pdc05 de diamètre 20 mm utilisés pour la mesure de perméabilité pour différents traitements thermiques.

complémentaires seraient en effet nécessaires pour confirmer ces résultats. Une piste micromécanique d'explication peut se trouver dans l'évolution des propriétés mécaniques de l'interface des hydrates avec la température. En effet, si une augmentation des propriétés d'interface des CSH est envisageable (telle l'augmentation de la raideur de ces CSH du fait du rapprochement de leurs feuillets), on peut alors expliquer ce résultat par une augmentation de la raideur tangentielle  $K_t$  de l'interface notamment entre 200 et 400 °C. Ces interactions ont lieu à l'échelle nanométrique des CSH, des approches physico-chimiques seraient donc nécessaires pour discuter de ce point. A ce stade, une analyse micromécanique de l'effet des hautes températures sur les propriétés de la pâte est donc prématurée du fait des incertitudes sur la morphologie des CSH et sans une confirmation des résultats obtenus. Nous ne la mènerons donc pas.

## Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats expérimentaux obtenus sur l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport de la pâte de ciment étudiée. Nous avons ainsi pu constater, au moyen d'essais uni-axiaux une compétition entre endommagement thermique et raidissement des hydrates de la pâte. De plus, des essais poro-mécaniques ont montré une non-sensibilité des modules élastiques pour des confinements supérieurs à 6 MPa. Par ailleurs, la porosité semble augmenter, ou l'accès à la porosité est facilité. On observe également

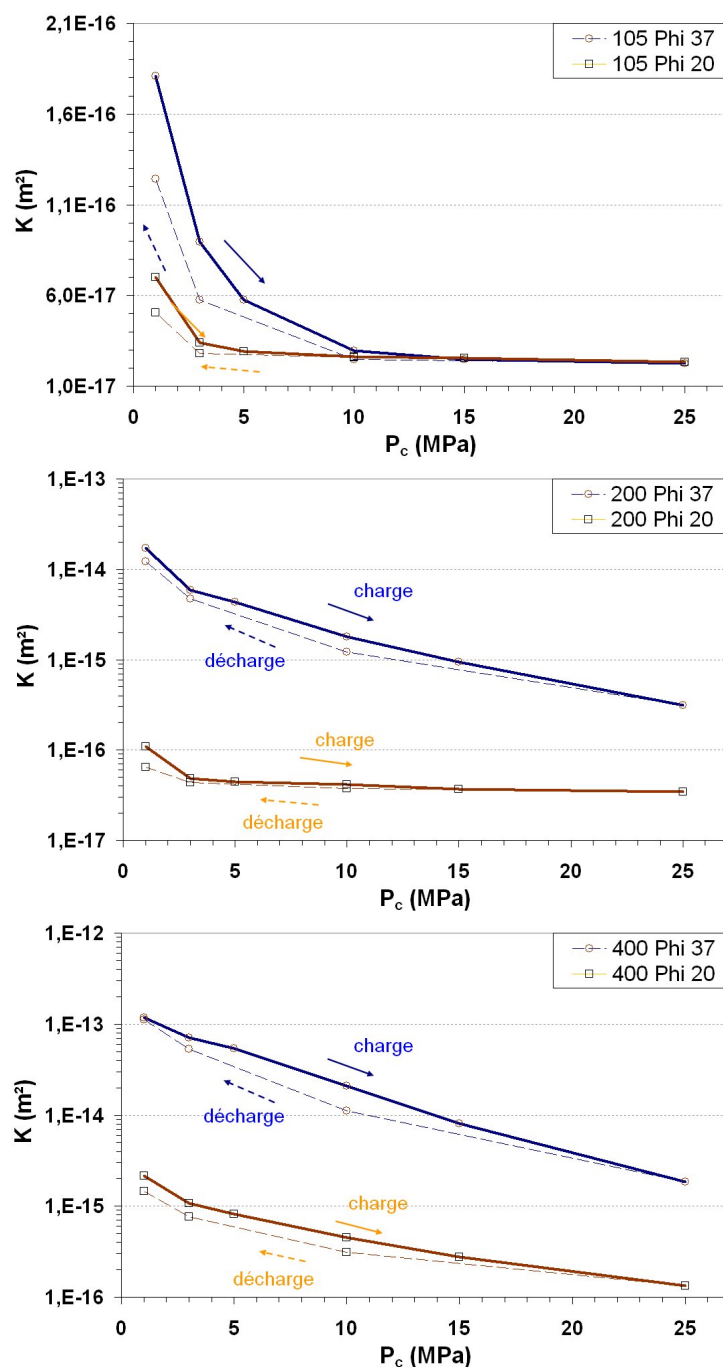


FIGURE 8.40 – Comparaison des résultats de mesure de perméabilité entre les échantillons de 20 et 37 mm pour des traitements thermiques de 105, 200 et 400 °C.

une augmentation de la perméabilité, notable à 400 °C. Soulignons également les différences obtenues entre les échantillons de diamètre 20 et 37 mm où des effets de structure importants apparaissent pour les plus gros échantillons ; cela avait eu peu d'impact durant le séchage, mais des écarts de comportement importants apparaissent pour les hautes températures utilisées. Par ailleurs, l'approche micromécanique n'a pas pu être mise en oeuvre du fait des incertitudes sur la morphologie des CSH et du manque de connaissances sur l'effet de hautes températures sur les interactions physico-chimiques entre hydrates.



## Chapitre 9

# Effet des hautes températures sur les propriétés du mortier

*Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus dans [30–32] sur des mortiers M58 exposés aux traitements thermiques utilisés dans ce travail. Nous étudierons aussi l'influence de la fraction volumique de sable vis à vis des températures au travers de résultats sur les mortiers M15 et M30. Ces résultats seront alors discutés sous le point de vue de la micromécanique.*

### Sommaire

---

<b>9.1</b>	<b>Variations massiques et dimensionnelles . . . . .</b>	<b>220</b>
<b>9.2</b>	<b>Évolution des propriétés mécaniques . . . . .</b>	<b>221</b>
9.2.1	Résultats expérimentaux en compression simple . . . . .	221
9.2.2	Résultats expérimentaux des essais poro-mécaniques . . . . .	221
<b>9.3</b>	<b>Analyse multi-échelle de l'évolution des propriétés mécaniques . . .</b>	<b>224</b>
9.3.1	Origine de la dégradation thermique . . . . .	224
9.3.2	Dilatation thermique de la pâte de ciment . . . . .	225
9.3.3	Application au mortier M58 . . . . .	229
<b>9.4</b>	<b>Évolution des propriétés de transport . . . . .</b>	<b>231</b>
9.4.1	Évolution expérimentale de la perméabilité . . . . .	231
<b>9.5</b>	<b>Analyse multi-échelle de l'évolution des propriétés de transport . .</b>	<b>233</b>
9.5.1	Modèle à fissures perméables . . . . .	233
9.5.2	Effet du confinement sur la mesure de perméabilité . . . . .	233
9.5.3	Application au mortier M58 . . . . .	235
9.5.4	Influence de la fraction volumique de sable . . . . .	239

---



## 9.1 Variations massiques et dimensionnelles

Nous commençons par présenter des résultats obtenus sur les mortiers M15, M30 et M58 concernant les variations massiques et dimensionnelles d'échantillons de diamètre 37 mm et de hauteur 70 mm pour des températures de 60 , 200 et 400 °C. On obtient une diminution du volume des échantillons du fait de départs d'eau. Toutefois, ces départs d'eau ont lieu dans la pâte. On observe ainsi une perte de masse d'autant plus forte que la fraction volumique de sable est faible (figure 9.1).

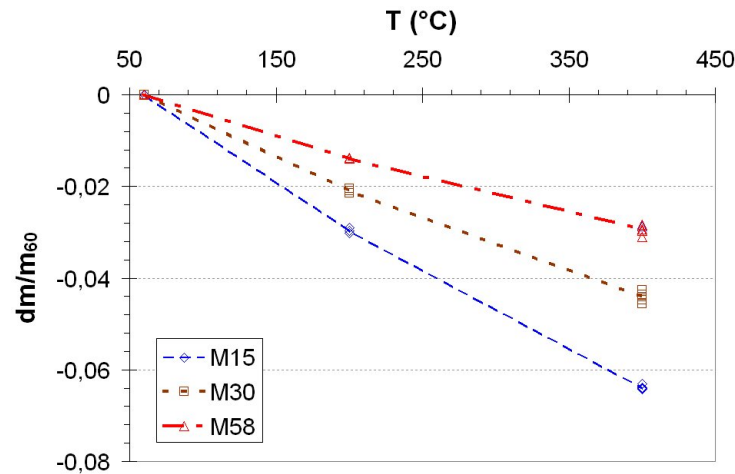


FIGURE 9.1 – Variations massiques des échantillons de mortier M15, M30 et M58 pour des traitements thermiques de 200 et 400 °C.

De plus, les variations dimensionnelles des échantillons sont limitées par une forte présence de grains de sable (figure 9.2)..

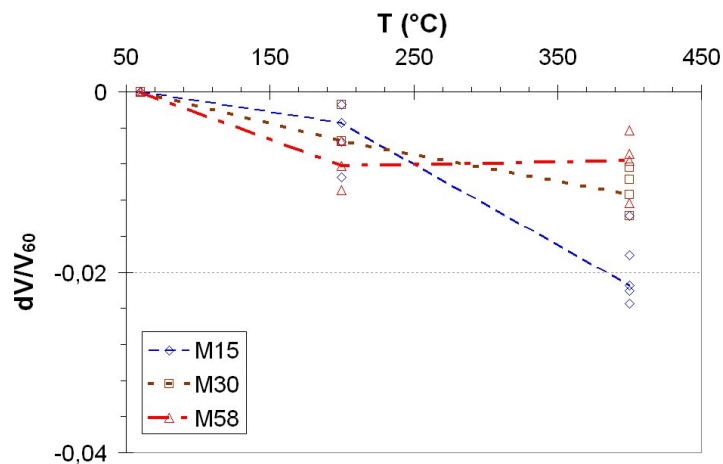


FIGURE 9.2 – Variations dimensionnelles des échantillons de mortier M15, M30 et M58 pour des traitements thermiques de 200 et 400 °C.

Dans la suite nous étudions donc l'effet de ces températures sur les propriétés mécaniques et de transport de ces matériaux.

## 9.2 Évolution des propriétés mécaniques

Nous étudions tout d'abord l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques du mortier. Après une présentation des résultats expérimentaux tirés de [30, 31] sur le mortier M58 et obtenus dans ce travail concernant l'influence de la fraction volumique de sable, nous discuterons ces résultats sous le point de vue de la micromécanique.

### 9.2.1 Résultats expérimentaux en compression simple

#### Résultats sur le M58 [30, 31]

Commençons par présenter les résultats obtenus par [30, 31] sur le module d'Young et la résistance des mortiers M58 exposés aux traitements thermiques (figure 9.3). Ces deux grandeurs diminuent continuellement avec le traitement thermique et sont sensibles au confinement.

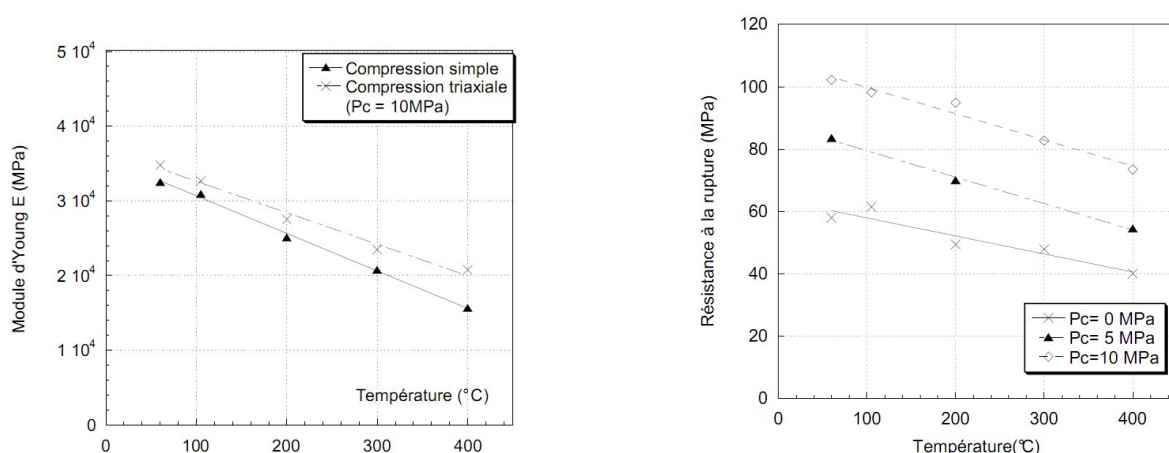


FIGURE 9.3 – Évolution du module d'Young et de la résistance en compression du mortier M58 en fonction de la température de traitement.

### Influence de la fraction volumique de sable

Il est intéressant d'étudier l'influence de la fraction volumique de sable. On a vu sur la figure 2.9 l'influence de cette fraction sur les propriétés mécaniques du mortier sec. Le gain en raideur atteignait un plateau pour des fractions volumiques de sable élevées, ce qui pouvait être interprété par un impact négatif d'une forte présence de sable lors du séchage. Nous présentons ici des résultats obtenus sur des échantillons de mortier M15, M30 et M58 soumis à des traitements thermiques de 200 et 400 °C.

On observe sur les figures 9.5 et 9.6 un endommagement thermique continu pour les mortiers (ainsi que pour les échantillons de Pdc05 de diamètre 37 mm). Toutefois, en normalisant les valeurs des modules par leur valeur à 60 °C (rapport  $E/E_{60}$ ) il semble que l'endommagement soit moins important pour les mortiers M58. Ainsi, alors qu'une forte présence de grains de sable avait un effet néfaste sur le séchage du mortier, cette présence *protègerait* le matériau des effets des hautes températures considérées.

### 9.2.2 Résultats expérimentaux des essais poro-mécaniques

[30, 31] a effectué des essais poro-mécaniques sur des échantillons de mortiers M58 de 37 mm de diamètre et 70 mm de hauteur. Les traitements thermiques ont ainsi pour effet (figure 9.7)

$f_s$	T (°C)	N° éch.	h (mm)	$\Phi$ (mm)	$E_{mortier}$ (GPa)	$E_{moy}$ (GPa)	coeff variation
0.15	200	17.2	69,8	36,2	17,5	10,6	2,8 %
	400	19.3	69,6	35,9	10,3		
		19.4	69,4	36,1	10,9		
0.3	200	32.2	70,2	36,3	22,3	13,6	3,7 %
	400	34.3	69,3	36,2	13,1		
		34.4	69,8	36,2	14,1		
0.58	200	60.2	69,9	36,4	29,3	16,4	0,6 %
	400	62.3	69,9	36,3	16,5		
		62.4	70,0	36,3	16,3		

FIGURE 9.4 – Résultats de compression simple sur mortiers traités à 200 et 400 °C en faisant varier la fraction volumique de sable.

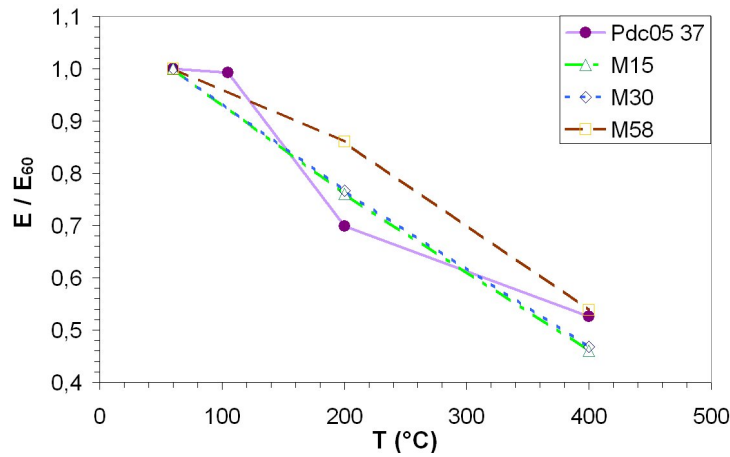


FIGURE 9.5 – Évolution du rapport  $E/E_{60}$  en fonction de la température pour les différents mortiers.

de diminuer le module de compressibilité  $K_b$  et d'augmenter celui de la matrice solide  $K_s$ . De plus, le confinement a un effet sur ces modules pour des températures  $\geq 300^\circ\text{C}$ .

Ces résultats sont en adéquation avec une microfissuration due aux traitements thermiques. En effet, l'explication évoquée est schématisée sur la figure 9.8. Le traitement thermique a endommagé le matériau en créant des fissures dans la matrice solide. Ainsi, des pores initialement occlus se sont retrouvés connectés et accessibles au gaz interstitiel (partie droite du schéma). Le matériau sollicité par le gaz est donc moins compressible car moins poreux ; le module  $K_s$  mesuré est donc plus grand. Ceci est valable à faible confinement, tant que les fissures restent ouvertes. Toutefois, en augmentant le confinement, on referme des fissures, ce qui déconnecte ces pores. Le matériau sollicité par le gaz est alors plus compressible car plus poreux ;  $K_s$  diminue donc avec  $P_c$  pour retrouver une valeur proche de sa valeur initiale. Par ailleurs, le fait de fermer des fissures raidit le matériau biphasé et ainsi  $K_b$  augmente avec  $P_c$ . Ces résultats sont donc une signature de l'endommagement thermique par microfissuration du mortier M58. Ce mécanisme de connexion/déconnexion de porosité a été validé par des mesures de variation de porosité sous confinement [30].

### 9.3 Évolution des propriétés mécaniques

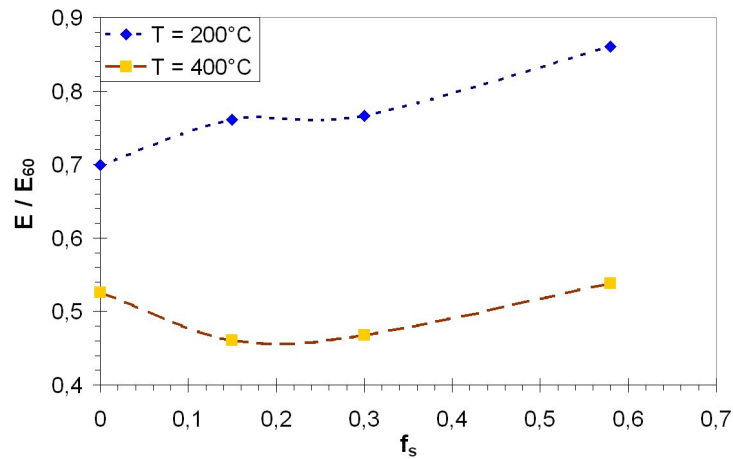


FIGURE 9.6 – Évolution du rapport  $E/E_{60}$  en fonction de la fraction volumique de sable des mortiers pour 200 et 400 °C.

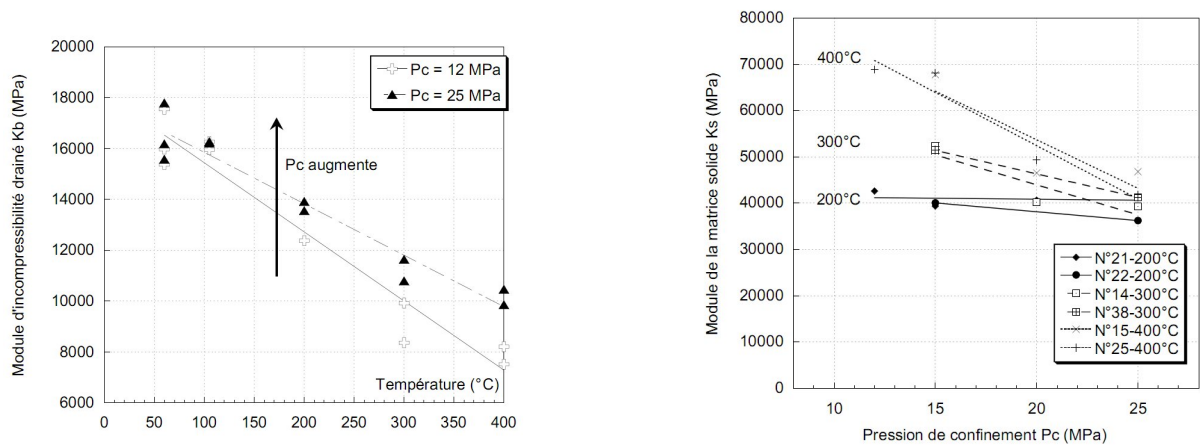


FIGURE 9.7 – Évolution des modules de compressibilité  $K_b$  et  $K_s$  du mortier M58 en fonction de la température de traitement et de la pression de confinement.

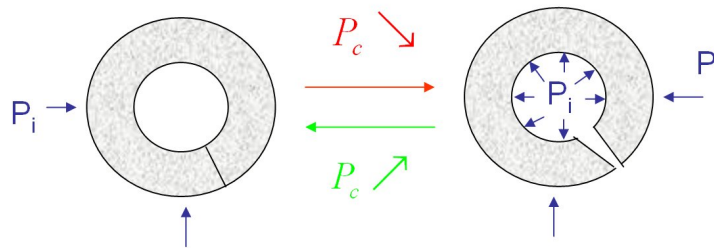


FIGURE 9.8 – Schéma d'explication de l'effet du confinement sur les modules de compressibilité des mortiers M58 traités thermiquement.

### 9.3 Analyse multi-échelle de l'évolution des propriétés mécaniques

Au vu des résultats précédents il apparaît clair que la dégradation thermique du mortier diffère de celle de la pâte. En effet, pour la pâte, les modules ne présentaient pas de sensibilité au confinement 8.2.3 (pour  $P_c \geq 6 \text{ MPa}$ ). On peut dès lors tenter de comprendre cet endommagement en utilisant le cadre introduit au chapitre 7. Ainsi deux mécanismes d'endommagement thermique à l'échelle du mortier peuvent être étudiés, un endommagement de l'interface des grains de sable et/ou une fissuration matricielle.

#### 9.3.1 Origine de la dégradation thermique

En complément de ce qui a été fait, on peut introduire un modèle simplifié du mortier en considérant une sphère isotrope (le grain de sable de propriétés thermo-élastiques  $E_2$ ,  $\nu_2$  et  $\alpha_2$  et de fraction volumique  $f_2$ ) avec interface imparfaite entourée d'une matrice isotrope (la pâte de ciment de propriétés thermo-élastiques  $E_1$ ,  $\nu_1$  et  $\alpha_1$ ). L'avantage est de pouvoir exprimer analytiquement, pour une sollicitation thermique  $\Delta T$ , la contrainte en tout point du milieu. La composante normale du vecteur contrainte à l'interface ( $T_n = \sigma_{2rr}(r = R)$ ) est tirée de :

$$\sigma_{2rr} = \frac{2(1 - f_2)(\alpha_1 - \alpha_2)RK_n E_1 E_2 \Delta T}{2E_1 E_2 (1 - f_2) + RK_n (E_2(1 + \nu_1) + 2E_2 f_2(1 - 2\nu_1) + 2E_1(1 - 2\nu_2)(1 - f_2))} \quad (9.1)$$

On observe donc sur la figure 9.9 que l'intensité de la contrainte normale à l'interface dépend notamment de l'écart entre les propriétés dilatométriques des phases ( $\alpha_1 - \alpha_2$ ) et leurs propriétés mécaniques ( $E_2/E_1$ ).

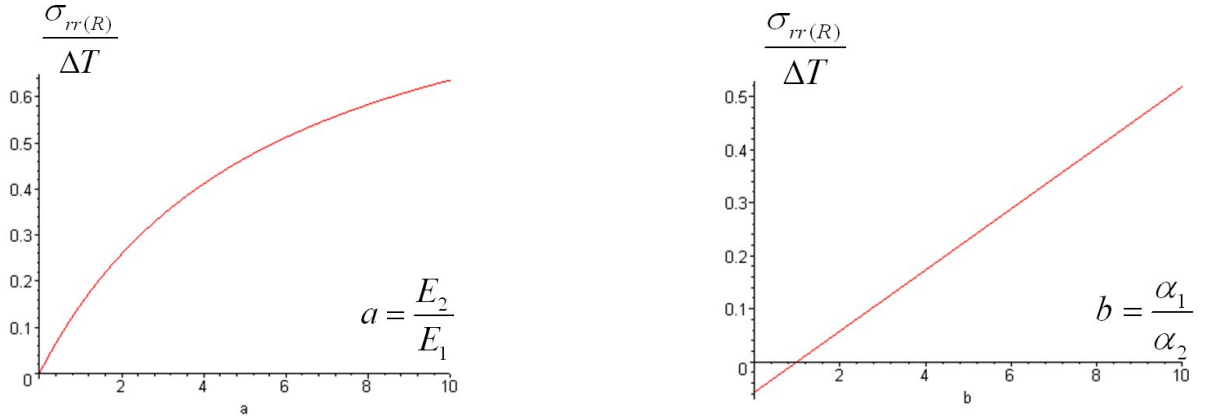


FIGURE 9.9 – Évolution du rapport  $\frac{\sigma_{2rr}}{\Delta T}$  en fonction du rapport des modules d'Young à gauche ou des coefficients de dilatation thermique à droite .

C'est bien en partie l'hétérogénéité des propriétés des phases qui est responsable de l'intensité des contraintes thermiques et donc de l'endommagement. Et notamment l'hétérogénéité des propriétés dilatométriques. Nous avons déjà introduit les propriétés élastiques choisies, il faut donc identifier les propriétés thermiques. Pour les grains de sable, nous prendrons un coefficient de dilatation thermique usuel pour les granulats (entre  $5$  et  $12 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ ), soit ici  $\alpha_s = 10 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ . Le coefficient de dilatation de la pâte est lui moins figé. Il dépend notamment de son état de saturation, l'eau ayant un coefficient de dilatation thermique élevé ( $200 \cdot 10^{-6} K^{-1}$  à  $20^\circ C$ ). Pour le déterminer nous avons réalisé des essais de dilatation thermique sur des échantillons de Pdc05 séchés.

### 9.3.2 Dilatation thermique de la pâte de ciment

#### Expérience utilisée

Nous avons réalisé des essais de dilatation thermique sur des échantillons de pâte cylindriques de 1 cm de diamètre et 2 cm de long environ (longueur  $L_0$ ). Pour cela nous disposons d'un four à bobine électrique exploitant une régulation électronique pour assurer une cinétique de chauffe constante (égale à  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/h$  comme le traitement thermique) (figure 9.10). La déformation axiale des échantillons est mesurée par un capteur de déplacement en contact avec une extrémité de l'échantillon.

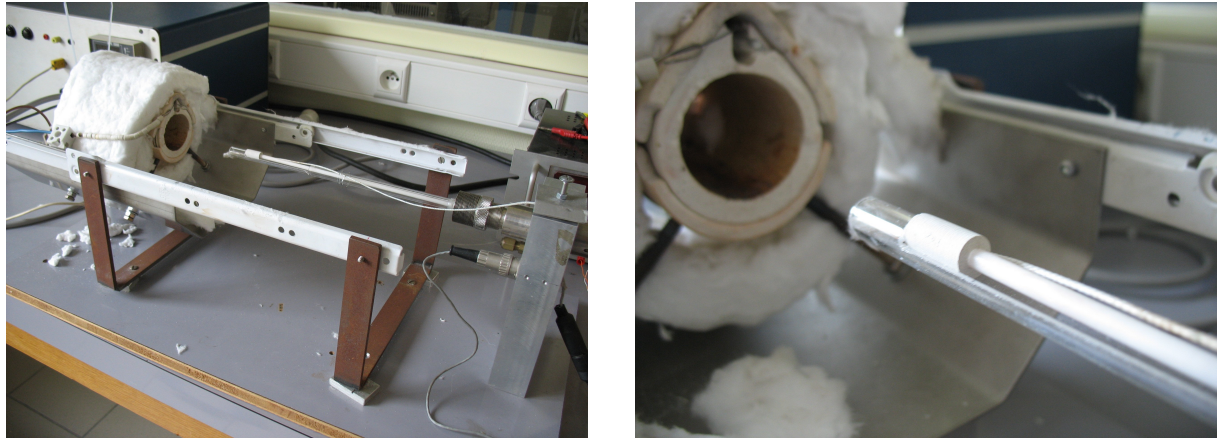


FIGURE 9.10 – Dispositif expérimental utilisé pour l'essai de dilatation thermique sur pâte de ciment .

Nous présentons les résultats obtenus sur deux échantillons de Pdc05 séchés à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $L_{01} = 19,2\text{ mm}$  et  $L_{02} = 17,0\text{ mm}$ ) et ainsi que sur un échantillon traité à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $L_0 = 24,3\text{ mm}$ ). La température initiale est comprise entre  $30$  et  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  et nous augmentons la température jusqu'à  $350 - 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

#### Résultats expérimentaux

Nous mesurons la déformation des échantillons en fonction de la température. La figure 9.11 montre ainsi deux comportements différents entre les échantillons à  $60$  et  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ . En effet,

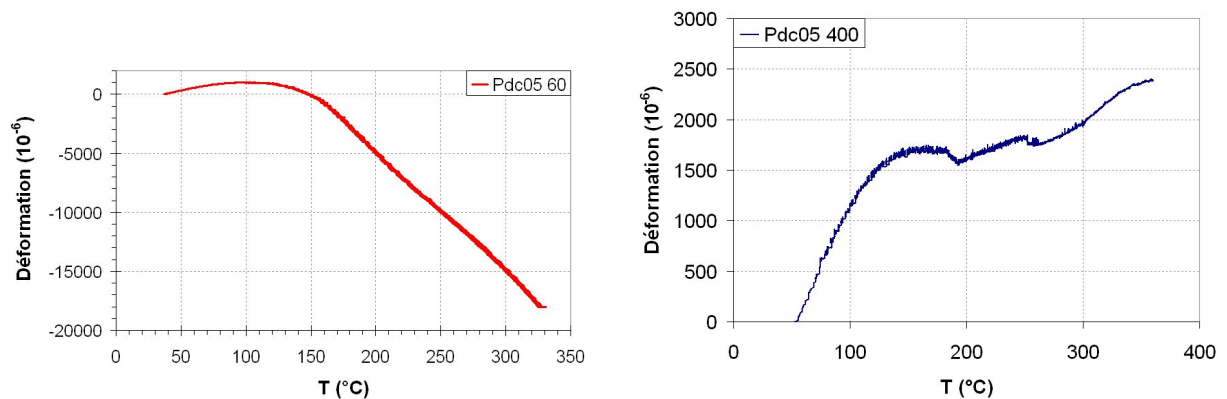


FIGURE 9.11 – Déformation thermique d'un échantillon de Pdc05 séché à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  à gauche, traité à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  à droite.



pour les échantillons séchés à 60 °C, on observe une dilatation thermique initiale quasi linéaire jusqu'à 100 °C (figure 9.12. Ensuite la dilatation diminue et une contraction forte apparaît entre 150 et 400 °C (figure 9.13). Cela est bien cohérent avec le mécanisme de déshydratation

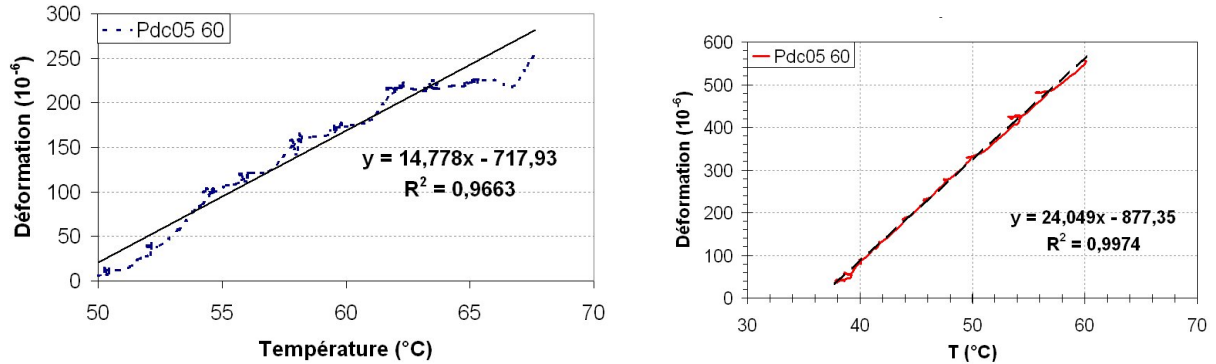


FIGURE 9.12 – Déformation thermique des échantillons Pdc05 séchés à 60 °C en dessous de 100 °C.

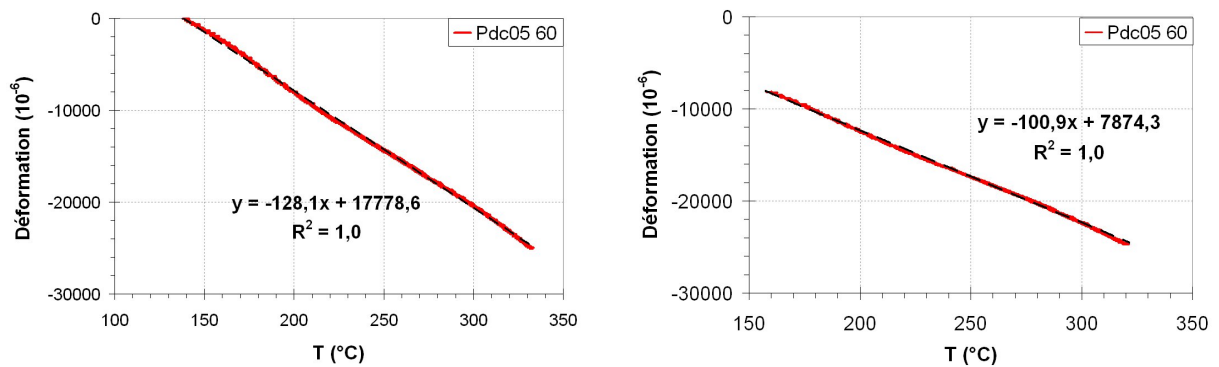


FIGURE 9.13 – Déformation thermique des échantillons Pdc05 séchés à 60 °C entre 150 et 400 °C .

de la pâte introduit au 6.2.2 qui induit une contraction des hydrates suite aux départs d'eau. Par ailleurs le comportement avant 150 °C se comprend par la dilatation thermique de la portlandite notamment, et la déshydratation des phases AFm et AFt autour de 100 °C.

Le comportement de la Pdc05 traitée à 400 °C est bien différent. On n'observe pas en effet de contraction après 150 °C, mais une dilatation thermique positive pendant tout l'essai. Toutefois le coefficient de dilatation thermique est très faible après 150 °C (figure 9.14).

Il est clair que de nombreux mécanismes interviennent pendant la phase de chauffage (dilatation et contraction d'hydrates, départs d'eau, ...) et le coefficient de dilatation thermique mesuré avant 100 °C est une moyenne de ces mécanismes. Aussi, le coefficient de dilatation thermique *vrai* de la pâte sera mesuré lors du refroidissement, entre la température maximale atteinte et la température initiale. Il est intéressant de noter qu'alors, les valeurs obtenues pour les deux traitements thermiques sont semblables (figure 9.15). On retiendra ainsi cette valeur comme dilatation thermique de la pâte.

Les résultats sont résumés dans le tableau 9.16. Finalement, le coefficient de dilatation thermique est pris égal à  $\alpha_{dil} = 32.10^{-6}K^{-1}$  et le coefficient de contraction thermique dû à la déshydratation entre 150 et 400 °C est pris égal à  $\alpha_{dil} = -115.10^{-6}K^{-1}$ .

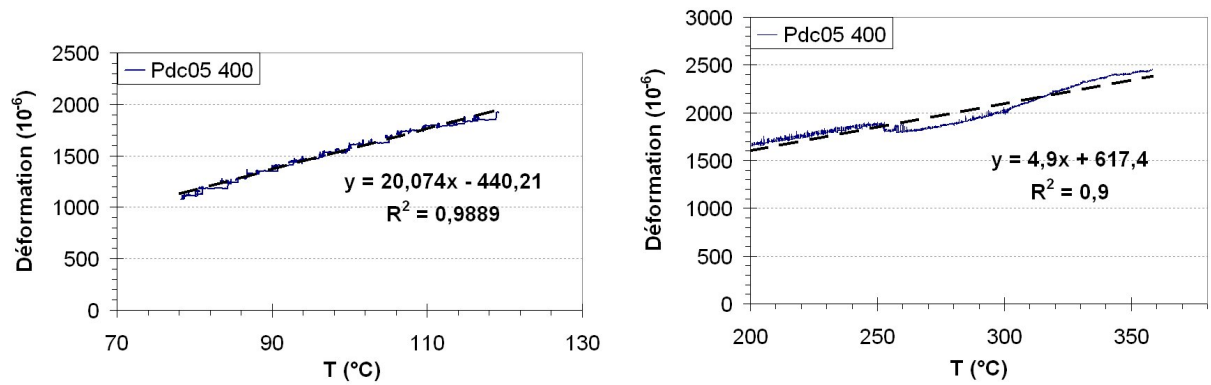


FIGURE 9.14 – Déformation thermique d'un échantillon Pdc05 traité à 400 °C, à gauche en dessous de 100 °C, à droite entre 150 et 400 °C .

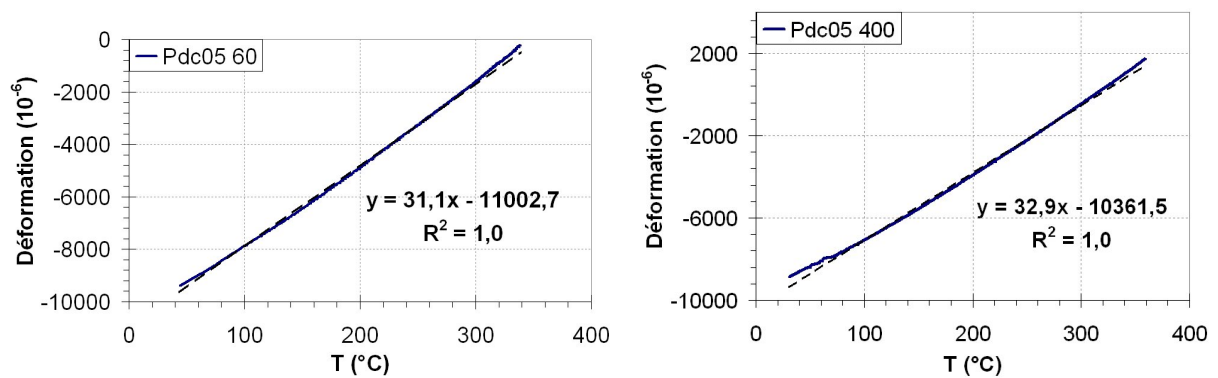


FIGURE 9.15 – Déformation thermique d'un échantillon Pdc05 séché à 60 °C à gauche, traité à 400 °C à droite, lors du refroidissement entre 400 et 60 °C .



T (°C)	N° éch.	L <sub>0</sub> (mm)	$\alpha_d$ ( $T \leq 100^\circ\text{C}$ )	$\alpha_r$ ( $150 \leq T \leq 400^\circ\text{C}$ )	$\alpha_d$ (refroidissement)
60	5.01	19,2	$24,0 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	$- 100,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	
60	5.02	17,0	$14,8 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	$- 128,1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	$31,1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
400	5.03	24,3	$20,1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	$4,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	$32,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$

FIGURE 9.16 – Résultats des essais de dilatation thermique de la Pdc05.

### Estimation micromécanique de la dilatation thermique

Nous nous proposons ici d'estimer la dilatation thermique de la pâte de ciment à partir de la connaissance du comportement thermique de ses hydrates principaux (voir 6.2.2) pour les valeurs des coefficients de dilatation thermique des hydrates, en utilisant la relation 7.4. Pour la partie dilatation positive, seule la portlandite sera supposée se dilater. Le schéma d'homogénéisation utilisé est basé sur celui exploité pour l'élasticité (voir 3.3.4). En vue d'estimer les contraintes thermiques, nous simplifions ce schéma en utilisant l'inclusion équivalente introduite au 7.2.3 et en remplaçant au niveau 3 de la représentation la portlandite, les sulfoaluminates et les vides d'air par une phase inclusion équivalente ayant comme propriétés thermo-élastiques la moyenne des propriétés de ces phases pondérée par leur fraction volumique :

$$\begin{aligned}
 k_{inc_{eq}} &= \frac{f_{CH} k_{CH} + f_{AL} k_{AL}}{f_{CH} + f_{AL} + f_v} \\
 \mu_{inc_{eq}} &= \frac{f_{CH} \mu_{CH} + f_{AL} \mu_{AL}}{f_{CH} + f_{AL} + f_v} \\
 \alpha_{inc_{eq}} &= \frac{f_{CH} \alpha_{CH} + f_{AL} \alpha_{AL}}{f_{CH} + f_{AL} + f_v}
 \end{aligned} \tag{9.2}$$

Aussi, en faisant le choix de dissocier CSH BD et HD comme ce qui a été fait pour le schéma initial, nous obtenons :  $\alpha_{r_{gel}} = -242.10^{-6} K^{-1}$ ,  $\alpha_{r_{pâte}} = -123.10^{-6} K^{-1}$  et  $\alpha_{d_{pâte}} = 14.10^{-6} K^{-1}$ . Si, en vue d'une simplification supplémentaire, nous considérons le gel CSH comme un polycristal poreux (sans distinguer phases BD et HD), nous obtenons :  $\alpha_{r_{gel}} = -242.10^{-6} K^{-1}$ ,  $\alpha_{r_{pâte}} = -118.10^{-6} K^{-1}$  et  $\alpha_{d_{pâte}} = 15.10^{-6} K^{-1}$ .

Les estimations de la contraction et de la dilatation thermique de la pâte de ciment sont satisfaisantes au vu des simplifications effectuées. Surtout, le mécanisme microscopique de retrait des particules de CSH rend bien compte de la contraction macroscopique de la pâte. On pourrait alors améliorer l'estimation de la dilatation thermique positive soit en conférant aux aluminates, après déshydratation, une expansion thermique positive, soit en considérant une dilatation thermique positive des particules de CSH une fois déshydratées.

Traçons l'évolution de la contrainte  $\sigma_{rr}(R)$  exprimée par 9.1 pour introduire qualitativement les mécanismes responsables de l'endommagement thermique, en supposant que cette évolution reste élastique. Les paramètres utilisés pour la matrice sont ceux obtenus pour la pâte et les coefficients de dilatation thermique sont ceux déterminés précédemment. Ainsi la figure 9.17 montre que l'interface, après avoir été sollicitée en traction jusqu'à  $180^\circ\text{C}$ , passe en compression et c'est la matrice cimentaire qui se retrouve en traction (la moyenne des contraintes devant être nulle).

Retenons finalement :

- pour  $T \leq 150^\circ\text{C}$ ,  $\alpha_{pâte} > \alpha_s$  : le grain et l'interface sont mises en traction, la matrice cimentaire en compression, et un endommagement à l'interface des grains peut être envisagé.
- à partir de  $T = 150^\circ\text{C}$ ,  $\alpha_{pâte} < \alpha_s$  : le grain et l'interface sont mises en compression, la matrice cimentaire en traction, et un endommagement matriciel par fissuration peut avoir lieu.

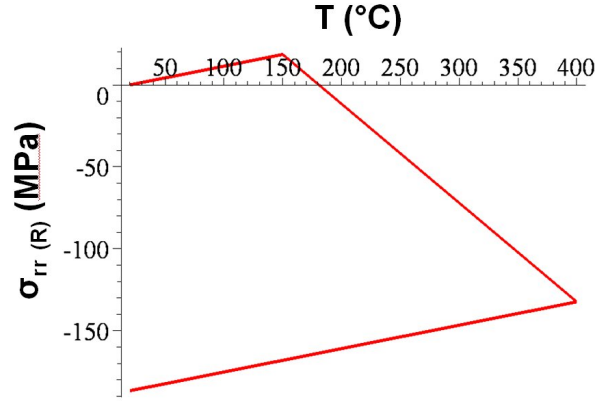


FIGURE 9.17 – Évolution de la contrainte  $\sigma_{rr}(R)$  à l'interface du grain de sable en fonction de la température.

Cela impliquerait donc, étant donné que l'interface des grains n'est endommagée qu'en traction (voir 7.2.1), que la raideur d'interface des échantillons traités à 200, 300 et 400 °C est la même. Ainsi, l'endommagement thermique du mortier pour ces températures sera imputé à une fissuration matricielle, ce qui est cohérent avec la sensibilité au confinement de ces échantillons. Nous pouvons illustrer ces considérations par des résultats de simulations numériques réalisés par [58] concernant l'endommagement thermique d'un milieu constitué d'une inclusion entourée d'une matrice. Ainsi, si l'inclusion se dilate plus que la matrice, des fissures radiales dans la matrice apparaissent. Au contraire, si l'inclusion se dilate moins, on observe des fissures à l'interface des grains et dans les grains potentiellement (voir figure 9.18 ). Ici nous supposons



FIGURE 9.18 – Endommagement thermique par fissuration radiale matricielle lorsque l'inclusion se dilate plus que la matrice (à gauche) et par fissuration à l'interface des grains lorsque l'inclusion se dilate moins (à droite) [58].

que les grains de sable ne sont pas fissurés par le traitement thermique.

#### 9.3.3 Application au mortier M58

##### Évolution des propriétés mécaniques

Nous appliquons les raisonnements précédents au mortier M58. Le mortier est vu comme un composite à matrice avec des inclusions sphériques à interfaces imparfaites (de raideur d'interface  $K_n$  et  $K_t$ ), une matrice et des fissures dans cette matrice (paramètre de fissuration  $\epsilon$ ), fissures à l'échelle des grains de sable. L'expression des modules homogénéisés est trop lourde pour être reportée ici. Nous supposons que  $K_t = K_n$  et que les propriétés mécaniques de la

matrice ne sont pas affectées par le chargement thermique (nous discuterons cette hypothèse). Alors, deux paramètres d'endommagement interviennent, la raideur d'interface  $K_n$  et le paramètre de fissuration  $\epsilon$ . Nous considérerons qu'une fois le matériau endommagé, une pression de confinement n'aura pas d'effet sur les propriétés de l'interface alors qu'elle peut refermer des fissures matricielles. Ainsi nous étudierons deux cas limites pour l'estimation des propriétés homogénéisées :

- les fissures sont complètement ouvertes et le tenseur d'élasticité de cette phase est nul.
- les fissures sont complètement fermées. Cette phase aura alors un module de compressibilité non nul, égal à celui de la matrice. Néanmoins on ne lui confère aucune élasticité en cisaillement.

Le module de compressibilité homogénéisé de ce milieu aura deux expressions :  $k_{mt}^o$  dans le cas des fissures ouvertes,  $k_{mt}^c$  dans le cas des fissures fermées. Et vu le choix de l'élasticité de ces fissures,  $k_{mt}^c$  ne dépend que de  $K_n$ . Aussi une mesure du module de compressibilité  $K_b$  du mortier M58 à fort confinement permet de déterminer  $K_n$ . Nous exploitons donc la valeur obtenue par [30] sur le mortier traité à 400 °C pour un confinement de 60 MPa (limite de chargement des cellules hydrostatiques utilisées), en considérant qu'un tel confinement a fermé les fissures (hypothèse licite si l'on regarde l'effet de ce confinement sur la valeur de la perméabilité 9.21). On résout donc  $k_{mt}^c(K_n) = 14,4 \text{ MPa}$  pour trouver  $K_{n400} = 3,85.10^5 \text{ GPa.m}^{-1}$ . On aura donc :  $K_{n200} = K_{n300} = 3,85.10^5 \text{ GPa.m}^{-1}$ . Ensuite, on peut exploiter les résultats de compression simple (donc sans confinement) pour déterminer  $\epsilon$  à ces températures (en utilisant l'expression des modules élastiques homogénéisés à fissures ouvertes). La raideur d'interface pour les échantillons traités à 60 et 105 °C sera déterminée à partir des mesures du module  $K_b$  pour un confinement de 25 MPa (même si on a vu que le confinement avait peu d'impact sur leur valeur, ces échantillons semblant peu ou pas fissurés). On résume les résultats dans le tableau 9.19. Nous pouvons observer l'évolution de ces paramètres sur la figure 9.20.

T (°C)	60	105	200	300	400
$E_{exp} (P_c = 0) \text{ (GPa)}$	32,5	30,9	25,1	20,7	15,6
$k_{exp} (P_c = 12 \text{ MPa}) \text{ (GPa)}$	16,8	16,1	12,8	9,1	7,9
$k_{exp} (P_c = 25 \text{ MPa}) \text{ (GPa)}$	16,8	16,1	13,8	11,5	10,1
$k_{exp} (P_c = 60 \text{ MPa}) \text{ (GPa)}$	-	-	-	-	14,4
$K_n (10^5 \text{ GPa.m}^{-1})$	9,34	6,85	3,85	3,85	3,85
$\epsilon$	$1,3 \cdot 10^{-2}$	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$7,8 \cdot 10^{-2}$	0,17	0,35

FIGURE 9.19 – Paramètres  $K_n$  et  $\epsilon$  déterminés à partir des résultats expérimentaux obtenus par [30].

### Remarques

L'hypothèse que la matrice n'est pas affectée par le traitement thermique est une approximation forte vus les résultats expérimentaux obtenus sur pâte. Toutefois, nous imputons ici l'endommagement du mortier à des mécanismes à l'échelle des grains de sable, et nous avons déjà vu que les propriétés mécaniques de la pâte dans le mortier ne doivent pas être les propriétés des échantillons de pâte. Des essais de nanoindentation permettraient de répondre à cette hypothèse si l'on arrive à solliciter la pâte entre les fissures. Une autre solution est d'envisager un endommagement multi-échelle où, connaissant les mécanismes d'endommagement microscopiques de la pâte et leur critère associé, on prédit l'endommagement en fonction du chargement thermique. Cela n'est pas réalisé ici.

## 9.4 Évolution des propriétés de transport

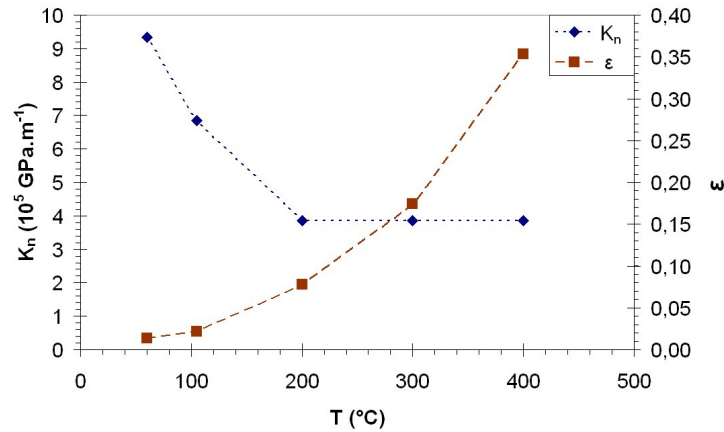


FIGURE 9.20 – Évolution des paramètres  $K_n$  et  $\epsilon$  du modèle utilisé pour le mortier en fonction de la température de traitement.

## 9.4 Évolution des propriétés de transport

[30, 32] a étudié l'effet des traitements thermiques sur les propriétés de transport du mortier M58. La porosité connectée mesurée augmente légèrement, passant de 13 à 15,5 %. Nous étudierons ici principalement l'évolution de la perméabilité des mortiers avec la température.

### 9.4.1 Évolution expérimentale de la perméabilité

#### Résultats sur le M58 [30, 32]

Les résultats obtenus par [30, 32] sont présentés sur la figure 9.21. Alors que la perméabilité est quasi-constante et peu sensible au confinement jusqu'à 200 °C, elle augmente fortement à 300 et surtout 400 °C, et est alors davantage sensible au confinement.

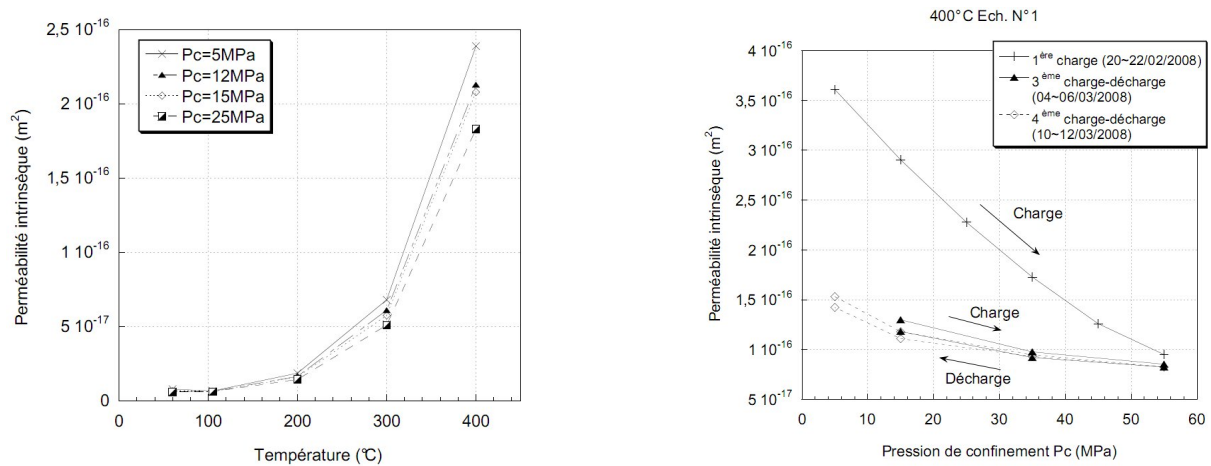


FIGURE 9.21 – Évolution du module d'Young et de la résistance en compression du mortier M58 en fonction de la température de traitement.

Cela est bien cohérent avec un endommagement thermique par microfissuration à partir de 200 °C.

### Influence de la fraction volumique de sable

Nous nous intéressons maintenant à l'influence de la fraction volumique de sable vis à vis de l'effet de la température sur la perméabilité du mortier. Aussi, pour des traitements de 200 et 400 °C, nous avons testé 2 échantillons de chaque mortier M15, M30 et M58. On observe comme précédemment une augmentation forte de la perméabilité entre 200 et 400 °C, d'autant plus importante que la fraction volumique de sable est faible (figure 9.22).

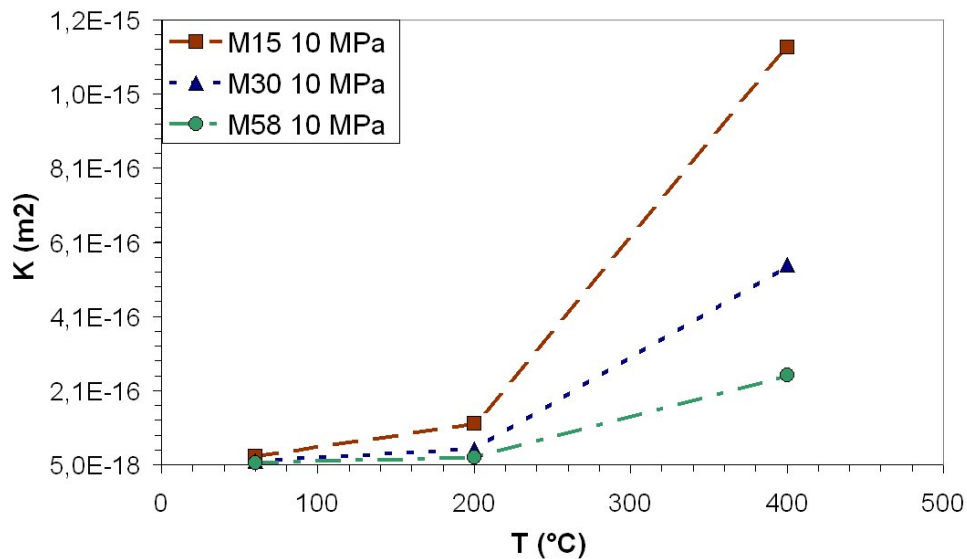


FIGURE 9.22 – Évolution de la perméabilité en fonction de la température de traitement pour un confinement de 10 MPa.

Par ailleurs, la figure 9.23 montre la sensibilité au confinement de ces mesures. Plus la fraction volumique de sable est faible, plus la perméabilité est sensible au confinement, signe de microfissuration.

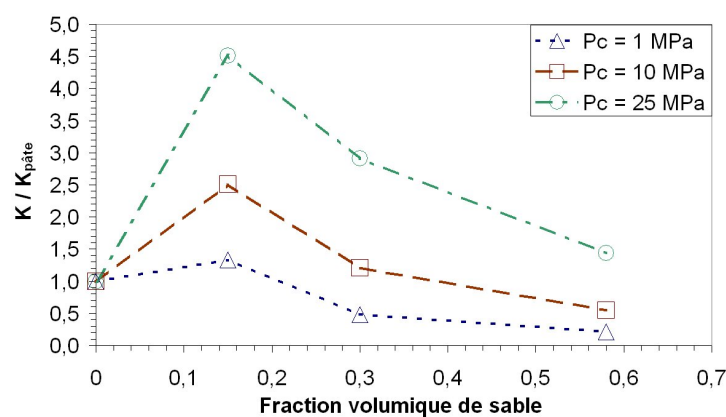


FIGURE 9.23 – Influence du confinement et de la fraction volumique de sable sur la perméabilité des échantillons traités à 400 °C, normalisée par la perméabilité des échantillons de pâte de 20 mm de diamètre traités à 400 °C à ces confinements.

Ces résultats confirment les résultats obtenus au 9.2.1 sur l'effet protecteur des grains de sable vis à vis des températures.

## 9.5 Analyse multi-échelle de l'évolution des propriétés de transport

Nous présentons ici une analyse micromécanique de l'évolution de la perméabilité du mortier en fonction du traitement thermique. Pour cela nous allons exploiter les paramètres  $K_n$  et  $\epsilon$  déterminés au 9.3.3. Nous utiliserons un modèle à interfaces perméables (modèle introduit au 5.2.2). En plus, le matériau est fissuré. Nous avons donc besoin d'une représentation de la perméabilité d'une fissure.

### 9.5.1 Modèle à fissures perméables

Nous avons déjà vu la modélisation mécanique d'une fissure (voir 7.3.1). Nous avons besoin ici de son pendant pour le transport [45]. Nous considérerons un rapport d'aspect  $X = c/a$  pour la fissure et comme précédemment  $X \ll 1$ . Alors l'écoulement au sein de cette fissure est approché par un écoulement de Poiseuille entre deux plans parallèles espacés de  $2c$ . Pour un tel écoulement on sait relier débit et gradient de pression. Aussi, on peut remplacer la fissure par un milieu poreux de perméabilité  $\underline{k}_f$  de telle sorte que la relation débit-gradient de pression soit conservée. [45] a ainsi montré, en notant  $\underline{n}$  la normale au plan de la fissure, que :

$$\underline{k}_f = \frac{c^2}{3} \mathbf{1} + \left( k_f^n - \frac{c^2}{3} \right) \underline{n} \otimes \underline{n} \quad (9.3)$$

$k_f^n$  est la perméabilité normale de la fissure. On pourra la prendre égale à la perméabilité de la matrice. On se placera essentiellement dans la situation  $c^2 \gg k_f^n$ , c'est à dire que l'écoulement se fait principalement dans le plan de la fissure. Cette représentation est résumée sur la figure 9.24.

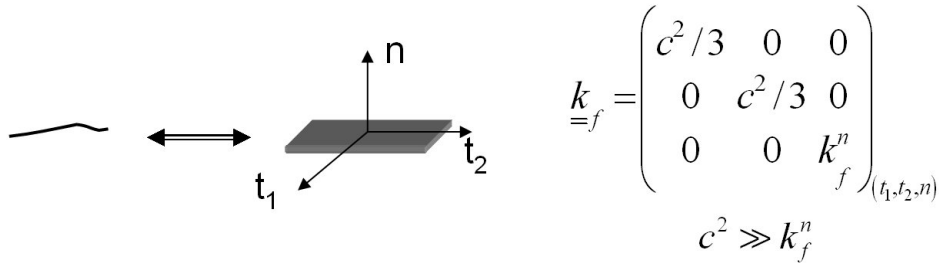


FIGURE 9.24 – Schéma de représentation d'une fissure pour l'estimation de la perméabilité.

La relation 5.12 nous donne alors la perméabilité homogénéisée, qui dépendra du schéma considéré par l'intermédiaire des estimations des tenseurs de localisation définis par ce schéma.

### 9.5.2 Effet du confinement sur la mesure de perméabilité

En vue de comparer les résultats obtenus avec les mesures de perméabilité sous confinement réalisées dans [30], il est nécessaire d'introduire les modèles permettant de rendre compte de cette sensibilité. Nous le faisons ici dans le cas de fissures perméables ainsi que pour des interfaces perméables.

#### Effet du confinement sur la perméabilité d'un milieu fissuré

[45] a exprimé l'évolution du rapport d'aspect d'une fissure due à une contrainte macroscopique  $\underline{\Sigma}$  en l'absence de propagation. Ainsi on néglige les variations de  $a$  devant l'ouverture  $c$ ,

si bien qu'on peut écrire  $\dot{X}/X = \dot{c}/c$ . Pour cela il est nécessaire de déterminer le taux de déformation  $\mathbf{d}$  dans la fissure dû à ce chargement. On l'obtient en utilisant le tenseur de localisation des déformations des fissures (voir au 7.3.1) :

$$\mathbf{d} = \mathbb{A}_f(\underline{n}, X) : \mathbb{S}_{hom} : \dot{\Sigma} \quad (9.4)$$

Il dépend de la normale de la fissure  $\underline{n}$  et de son rapport d'aspect  $X$ . On aura alors :

$$\frac{\dot{X}}{X} = \underline{n} \cdot \mathbf{d} \cdot \underline{n} \quad (9.5)$$

Se plaçant une nouvelle fois dans la situation où  $X \ll 1$ , on peut alors remplacer  $X \mathbb{A}_f(\underline{n}, X)$  par sa limite quand  $X \rightarrow 0$ , notée  $\mathbb{T}$ , qui est finie. Ainsi, on obtient une relation affine entre le rapport d'aspect  $X$  et la contrainte macroscopique appliquée  $\Sigma$ , égale à  $-P_c \mathbb{1}$  ici :

$$X = X_0 - P_c \underline{n} \cdot (\mathbb{T} : \mathbb{S}_{hom} : \mathbb{1}) \cdot \underline{n} \quad (9.6)$$

Or, la perméabilité homogénéisée d'un milieu contenant des fissures dépend du rapport d'aspect de ces fissures. Aussi, en variant le confinement, on diminue l'ouverture de ces fissures, ce qui impacte la perméabilité homogénéisée. Par ailleurs, la valeur de la perméabilité dans la fissure,  $k_f = c^2/3$ , est elle-même modifiée par le confinement. En effet, sous confinement,  $c$  varie à  $a$  fixé ( $a = a_0 = c_0/X_0 = \sqrt{3k_{f0}/X_0}$ ). On aura :

$$k_f(P_c) = \frac{c^2}{3} = \frac{(a_0 X)^2}{3} = k_{f0} \left( 1 - \frac{P_c}{X_0} \underline{n} \cdot (\mathbb{T} : \mathbb{S}_{hom} : \mathbb{1}) \cdot \underline{n} \right)^2 \quad (9.7)$$

### Effet du confinement sur la perméabilité d'interface

Nous exprimons l'effet du confinement sur la perméabilité d'interface en se référant à ce qui a été fait par [44]. La prise en compte d'une perméabilité d'interface  $\eta$  a été présentée au 5.2.2. La question de l'expression de cette perméabilité a été évoquée par [44] qui propose de l'estimer en considérant un écoulement de Poiseuille entre deux plans espacés d'une épaisseur  $e$ . Ici  $e$  correspond à l'épaisseur fictive de l'interface. Or l'écoulement de Poiseuille entre 2 plans espacés d'une distance  $e$  exhibe une perméabilité  $k_e$  égale à  $e^2/12$ . On peut ainsi considérer  $\eta = e k_e = e^3/12$  ( $\eta$  s'exprimant en  $m^3$  du fait de sa définition). Alors, on peut estimer la variation de cette épaisseur fictive due à une variation du chargement macroscopique  $\delta \Sigma$ . Notant  $\mathbb{B}_g$  le tenseur de localisation des contraintes pour le grain à interface considéré, la variation du vecteur contrainte est  $\delta \underline{T} = (\mathbb{B}_g : \delta \Sigma) \cdot \underline{n}$ , où  $\underline{n}$  est la normale à l'interface. Ainsi, pour  $\delta \Sigma = -P_c \mathbb{1}$ , on aura :

$$\delta T_n = -P_c ((\mathbb{B}_g : \mathbb{1}) \cdot \underline{n}) \cdot \underline{n} \quad (9.8)$$

En supposant que la raideur d'interface reste constante lors de ce chargement macroscopique, on pourra écrire :

$$\delta T_n = K_n \delta \xi_n \quad (9.9)$$

où l'on a noté  $\xi_n$  la discontinuité normale du déplacement à l'interface. Cette variation correspond ainsi à une variation  $\delta e$  de l'épaisseur fictive de l'interface :  $\delta e = \frac{\delta T_n}{K_n}$ . On pourra ainsi écrire :

$$\eta(P_c) = \frac{(e + \delta e)^3}{12} = \frac{\left( e - \frac{P_c}{K_n} ((\mathbb{B}_g : \mathbb{1}) \cdot \underline{n}) \cdot \underline{n} \right)^3}{12} \quad (9.10)$$

On aura donc ici une perméabilité d'interface qui dépend du niveau de confinement.

### 9.5.3 Application au mortier M58

On applique les développements précédents à l'estimation de la perméabilité du mortier M58. La représentation utilisée est celle qui a été définie pour l'estimation des propriétés mécaniques. On considèrera donc une matrice pâte de ciment perméable (perméabilité isotrope  $k_c$ ), des inclusions imperméables mais à interfaces perméables (perméabilité d'interface  $\eta$ , voir 5.2.2) et des fissures de distribution spatiale isotrope. On supposera que les fissures ont une ouverture uniforme ( $c$  est constant) et que leur perméabilité est définie par 9.3. On utilisera un schéma de Mori-Tanaka comme pour la mécanique. Un point essentiel de cette estimation est le choix fait concernant la perméabilité de la matrice. Nous étudierons différentes situations :

- **A)** la perméabilité de la matrice est indépendante de la température de traitement. C'est une simplification forte, qui consiste à ne considérer l'endommagement qu'à l'échelle des grains de sable.
- **B)** la perméabilité de la matrice dépend de la température de traitement mais ne dépend pas du confinement. On utilise alors les valeurs déterminées expérimentalement sur pâte.
- **C)** la matrice est un polycristal dont la perméabilité dépend en plus du confinement. Pour simplifier, on considèrera la pâte de ciment comme un polycristal poreux uni-échelle. Nous ne prendrons donc pas en compte ici le caractère multi-échelle de la pâte.

Par ailleurs nous étudierons tour à tour 3 cas, l'augmentation de perméabilité étant due :

- 1) à la seule présence des fissures.
- 2) à la perméabilité des interfaces seule.
- 3) aux fissures et aux interfaces perméables.

Nous utiliserons alors les résultats expérimentaux de [30] qui a réalisé des mesures de perméabilité sur des échantillons de mortier M58 traités à  $200^\circ\text{C}$  pour des confinements jusqu'à 25 MPa, ainsi que sur des échantillons traités à  $400^\circ\text{C}$  pour des confinements jusqu'à 55 MPa (cette perméabilité est divisée par 3 entre 15 et 55 MPa).

#### A) Perméabilité matricielle constante

On considère ici que la perméabilité de la pâte dans le mortier est indépendante du traitement thermique et est égale à la perméabilité mesurée sur des échantillons de pâte  $\Phi 20$  à 15 MPa de confinement, soit  $k_m = 2,67 \cdot 10^{-17} \text{m}^2$ .

**1) Fissures seules** Nous supposons que seules les fissures permettent de rendre compte de l'augmentation de perméabilité et de l'effet du confinement. Nous utilisons la relation 9.6 afin de calculer le rapport d'aspect des fissures en fonction du confinement. Cela fait apparaître un rapport d'aspect initial  $X_0$  à déterminer. Par ailleurs il convient de se donner une perméabilité de fissures  $k_{f_0}$ . On a donc pour les deux traitements thermiques ( $200$  et  $400^\circ\text{C}$ ) deux paramètres à identifier. Pour déterminer le rapport d'aspect initial  $X_0$ , on peut par exemple définir le confinement  $P_{cf}$  qui permet de fermer complètement les fissures ( $X$  est alors nul). Ici, après optimisation selon ces paramètres, nous prendrons  $P_{cf200} = 100 \text{ MPa}$ ,  $k_{f200} = 1,3 \cdot 10^3 k_c$  et  $P_{cf400} = 120 \text{ MPa}$ ,  $k_{f400} = 9 \cdot 10^3 k_c$ . On observe ainsi sur la figure 9.25 un bon accord avec les points expérimentaux et les modèles. Toutefois le choix des paramètres à ajuster ne repose pas sur une caractérisation expérimentale.

Il est intéressant d'étudier la dépendance de la perméabilité estimée en fonction de la perméabilité des fissures. On peut ainsi observer (figure 9.26) que l'optimisation de ce paramètre n'a pas une large plage de valeurs acceptables.



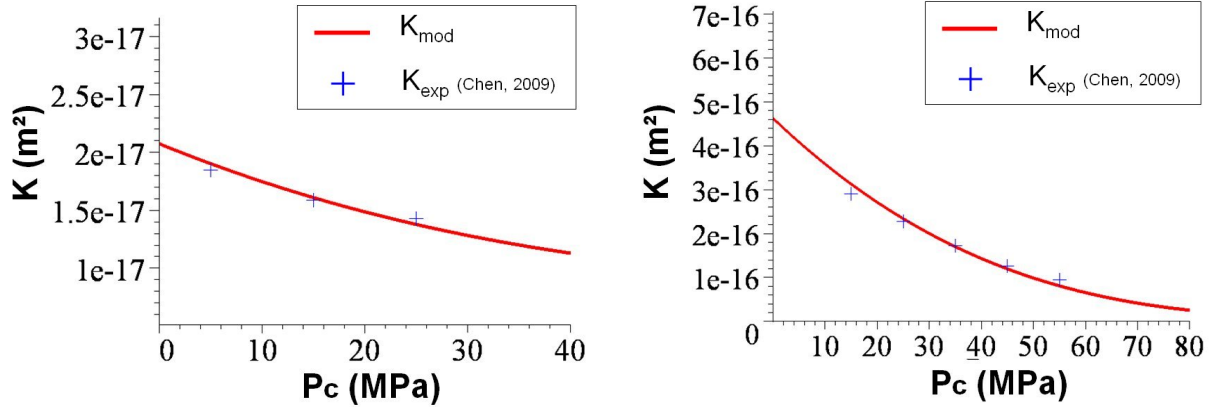


FIGURE 9.25 – Comparaison modèles / expériences [30] où seules les fissures sont prises en compte comme source de variation de la perméabilité. A gauche, pour 200 °C, à droite pour 400 °C.

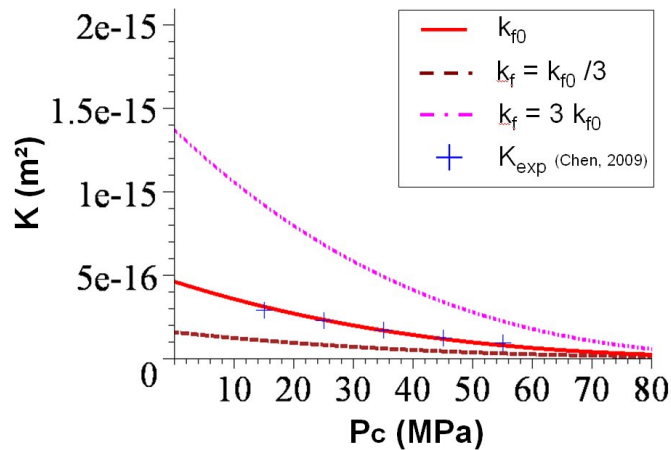


FIGURE 9.26 – Influence de la valeur de la perméabilité d'interface pour l'estimation de la perméabilité des échantillons M58 traités à 400 °C. Ici  $k_{f0} = k_{f400}$ .

**2) Interfaces seules** Nous supposons maintenant que seules les interfaces expliquent les variations de perméabilité constatées. Nous ne modélisons pas ici de fissuration. Nous avons alors un seul paramètre à déterminer, la perméabilité d'interface à confinement nul  $\eta_0$  (ou l'épaisseur fictive initiale de l'interface  $e_{p0}$ ). Contrairement au paragraphe précédent, on ne peut rendre compte des résultats expérimentaux obtenus sur les mortiers traités à 400 °C. Seule l'application aux mortiers traités à 200 °C est satisfaisante, avec  $\eta_{0\ 200} = 2.87.10^{-21}m^3$ , soit un coefficient  $\delta_0 = \eta_0/(R.k_c)$  égal à 0,29.

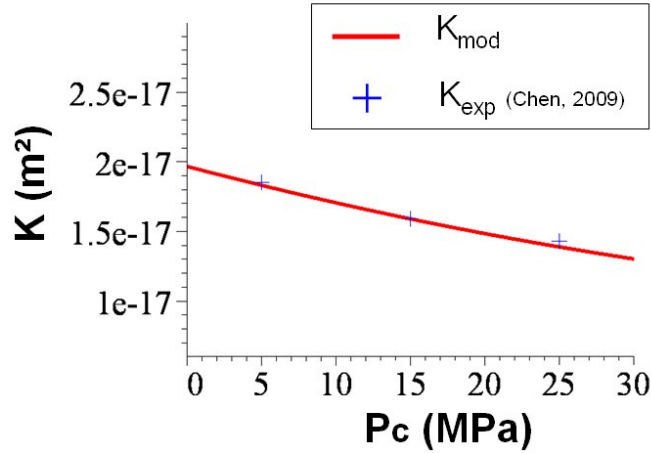


FIGURE 9.27 – Comparaison modèles / expériences [30] pour le mortier M58 traité à 200 °C où seules les interfaces sont prises en compte comme source de variation de la perméabilité.

Encore une fois, cette valeur est déterminée par calcul inverse et ne repose pas sur une mesure directe. Néanmoins, qualitativement, il est intéressant de noter que la seule prise en compte des interfaces dans l'estimation de la perméabilité ne convient pas pour les échantillons traités à 400 °C, au contraire de ceux traités à 200 °C. Ce résultat est cohérent avec les mécanismes d'endommagement évoqués (voir 9.3.3). En effet, après 200 °C, l'endommagement a été imputé à une fissuration matricielle, sans endommagement de l'interface, alors qu'avant 200 °C il se caractérise plutôt par une fissuration à l'interface des grains de sable. Aussi, le fait qu'une variation de la perméabilité des interfaces des grains pour les échantillons traités à 400 °C n'explique pas les variations expérimentales est cohérent avec le mécanisme prépondérant de fissuration matricielle évoqué pour ces échantillons.

**3) Interfaces perméables et fissures matricielles** Nous considérons ici que les deux mécanismes d'endommagement sont responsables de la variation de la perméabilité. Nous avons ainsi pour chaque traitement thermique 3 paramètres,  $P_{cf}$ ,  $k_{f_0}$  et  $\eta_0$ . Après optimisation de ces paramètres en exploitant les résultats expérimentaux, nous avons choisi :  $P_{cf200} = 45\ MPa$ ,  $k_{f200} = 200k_c$  et  $\eta_{0\ 200} = 2,77.10^{-21}m^3$ ;  $P_{cf400} = 80\ MPa$ ,  $k_{f400} = 3,8.10^3k_c$  et  $\eta_{0\ 400} = 1,28.10^{-19}m^3$ . On observe alors sur la figure 9.28 un bon accord entre modèles et expériences.

On peut alors faire plusieurs remarques :

- les pressions de confinement de fermeture des fissures sont plus réalistes comparées à celles où seules les fissures étaient prises en compte. En effet, les modules poro-élastiques semblent constants à partir de cet ordre de grandeur de confinement [30].
- la prise en compte des fissures pour les échantillons traités à 200 °C a peu d'effet. La perméabilité d'interface déterminée est très proche de la valeur où seules les interfaces intervenaient. Cela est cohérent avec un endommagement majoritairement aux interfaces des grains pour ces échantillons.

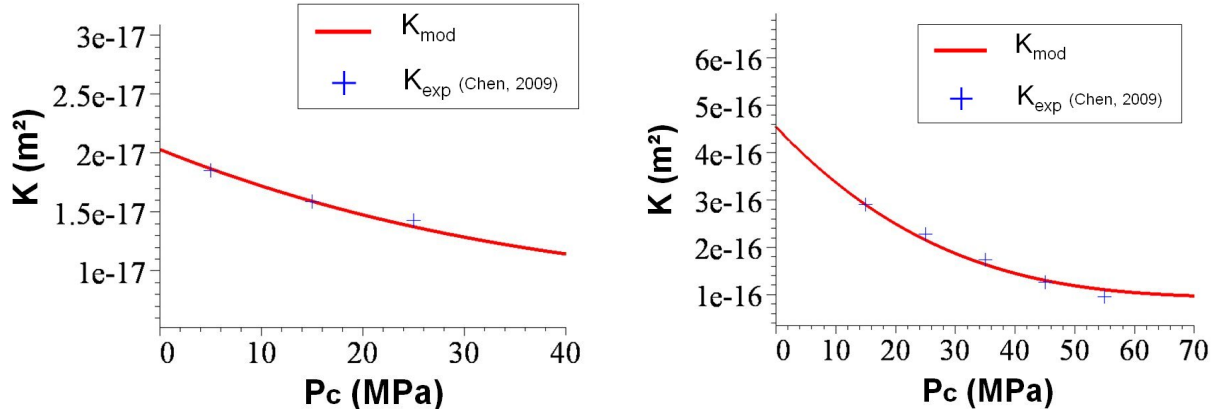


FIGURE 9.28 – Comparaison modèles / expériences [30] où fissures et interfaces perméables sont prises en compte comme sources de variation de la perméabilité. A gauche, pour  $200\text{ °C}$ , à droite pour  $400\text{ °C}$ .

- les perméabilités d’interface pour les deux traitements thermiques sont différentes. Cela n’est pas satisfaisant étant donné que nous avons supposé que l’interface ne s’endommageait pas mécaniquement entre ces 2 températures.

La dernière remarque peut être améliorée en complexifiant la modélisation, et notamment en prenant en compte une variation de perméabilité de la matrice lors du traitement thermique.

### B) Évolution de la perméabilité matricielle avec la température

On se place à présent dans la situation où la perméabilité de la matrice pâte de ciment varie avec la température. Nous utiliserons alors les valeurs expérimentales obtenues sur les échantillons de pâte  $\Phi 20$  à 25 MPa pour éliminer d’éventuels effets de structure, limités dans le mortier par la présence des grains. On peut étudier les 3 situations comme précédemment, en considérant les fissures seules, les interfaces seules, et les deux sources d’endommagement conjointes. Les conclusions sont similaires : les fissures seules permettent d’expliquer les variations expérimentales, alors que les interfaces seules ne le permettent pas pour les échantillons traités à  $400\text{ °C}$ . Nous présentons alors les résultats obtenus dans la situation où fissures et interfaces perméables sont présentes. L’optimisation des paramètres  $P_{cf}$ ,  $k_f$  et  $\eta_0$  donne :  $P_{cf200} = 40\text{ MPa}$ ,  $k_{f200} = 800\text{ }k_{c200}$  et  $\eta_{0200} = 1,17 \cdot 10^{-21}\text{ m}^3$ ;  $P_{cf400} = 80\text{ MPa}$ ,  $k_{f400} = 1,8 \cdot 10^3\text{ }k_{c400}$  et  $\eta_{0400} = 3,87 \cdot 10^{-20}\text{ m}^3$ . On obtient alors des valeurs pour les interfaces plus proches, mais pas encore égales. Toutefois, la perméabilité de la matrice dans le mortier pour les échantillons à  $400\text{ °C}$  est peut-être moins grande que celle mesurée sur pâte, ce qui améliorerait encore les résultats.

Retenons de ces analyses le caractère qualitatif lié à la source d’endommagement des échantillons. Les mécanismes évoqués lors de la discussion des résultats mécaniques obtenus semblent être confirmés par les résultats des expériences de mesure de perméabilité, à savoir principalement une fissuration matricielle des échantillons entre 200 et  $400\text{ °C}$ .

### C) Évolution de la perméabilité matricielle avec le confinement

Nous prenons en compte une sensibilité au confinement de la perméabilité de la matrice en lien avec une nature polycristalline de celle-ci. Pour cela nous considérons la matrice comme un polycristal poreux constitué de grains solides imperméables à interfaces perméables. Ce modèle est une représentation simplifiée de la pâte de ciment assimilée au gel CSH. Ainsi, la perméabilité des interfaces de ces grains est sensible au confinement. Toutefois, l’application numérique

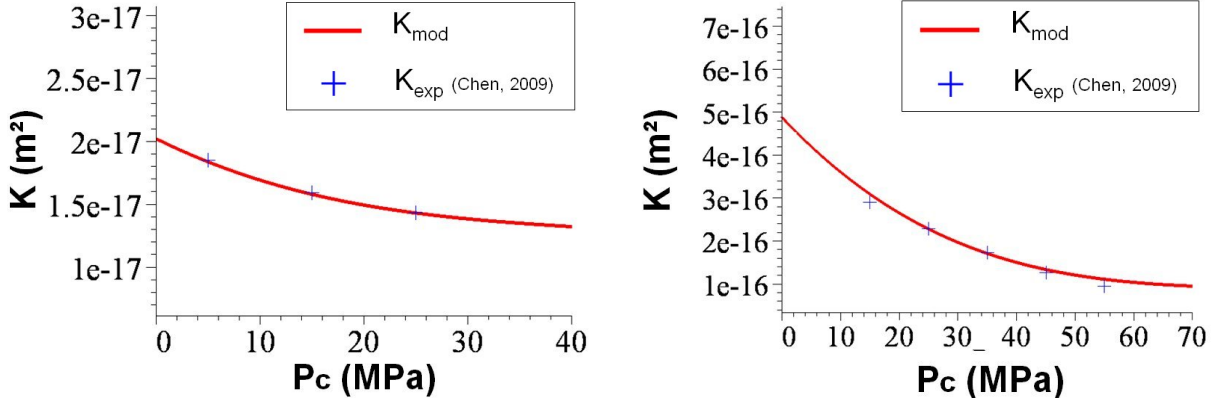


FIGURE 9.29 – Comparaison modèles / expériences [30] où fissures, interfaces perméables et variation de la perméabilité de la matrice sont prises en compte comme sources de variation de la perméabilité. A gauche, pour  $200^\circ\text{C}$ , à droite pour  $400^\circ\text{C}$ .

réalisée, où la perméabilité d'interface à confinement nul  $\eta_0$  a été déterminée à partir des résultats expérimentaux sur échantillons de pâte  $\Phi 20$ , résulte en une perméabilité d'interface dont la variation est négligeable pour les confinements utilisés. Ainsi, les résultats de ce modèle sont semblables à ceux de la situation précédente.

#### 9.5.4 Influence de la fraction volumique de sable

On propose ici une analyse micromécanique de l'influence de la fraction volumique de sable sur la variation de la perméabilité du mortier lors des traitements thermiques à  $200^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$ . Cette analyse est qualitative et on tente d'expliquer les résultats obtenus au 9.4.1, à savoir un possible effet *protecteur* des grains vis à vis des températures. Pour cela nous considérerons que l'endommagement thermique n'est imputé qu'à une fissuration matricielle. Dans le but de comparer des estimations effectuées à fraction volumique de grains  $f_s$  variable, nous travaillerons à "nombre de fissures par unité de volume de matrice"  $N_m$  constant. Ainsi la fraction volumique de fissures s'écrira  $\phi_f = \frac{4}{3} \pi N_m \epsilon (1 - f_s)$ . Pour commencer, il est intéressant d'étudier l'influence du schéma considéré pour l'estimation de la perméabilité des milieux fissurés.

##### Influence du schéma d'homogénéisation

Nous comparons les estimations de perméabilité homogénéisée obtenues par le schéma de Mori-Tanaka et le schéma auto-cohérent, et ce pour deux microstructures : une phase solide homogène perméable fissurée (la pâte de ciment fissurée par exemple), un composite à matrice à inclusions imperméables fissuré (le mortier fissuré par exemple, avec inclusions de sable imperméables). Pour le composite, nous considérons donc les deux schémas présentés sur les figures 9.30 et 9.31, où le milieu de référence est respectivement la pâte de ciment et le milieu homogénéisé (le mortier fissuré).

Les résultats obtenus pour les deux microstructures (avec et sans les inclusions de sable imperméables) et pour chaque schéma sont présentés sur la figure 9.32, où l'on a utilisé des fissures de rapport d'aspect  $X = 10^{-3}$  et de perméabilité  $k_f = 10^5 k_c$ , où  $k_c$  est la perméabilité de la phase matricielle (la pâte de ciment ici). On observe une sensibilité très différente des estimations vis à vis du paramètre de fissuration. Ainsi, le schéma de Mori-Tanaka peut rendre compte d'une variation de la perméabilité de 200 - 300 % du fait d'une fissuration, mais explique mal un changement d'ordre de grandeur de cette perméabilité. Au contraire, le schéma auto-cohérent (suivant les paramètres considérés), permet de rendre compte d'un changement d'ordre

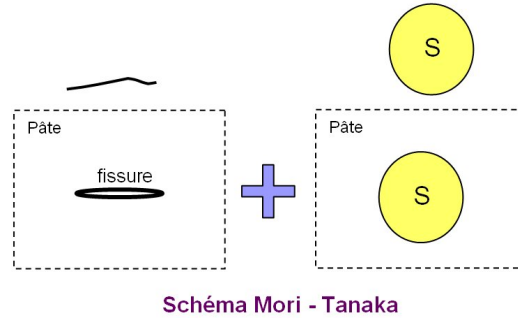


FIGURE 9.30 – Schéma de Mori-Tanaka utilisé pour l'estimation de la perméabilité homogénéisée du composite à matrice fissuré.

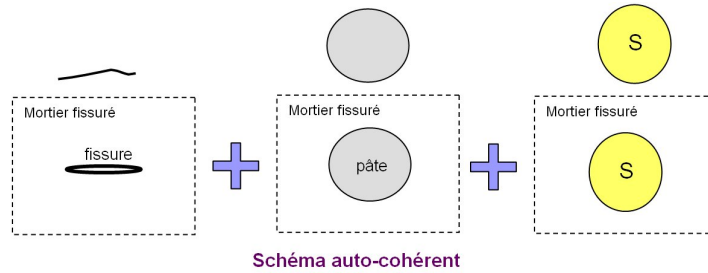


FIGURE 9.31 – Schéma auto-cohérent utilisé pour l'estimation de la perméabilité homogénéisée du composite à matrice fissuré.

de grandeur de cette perméabilité. Cela tient à la différence de représentation de ces deux schémas. Dans le premier, chaque fissure est entourée par la matrice perméable et l'interaction entre les fissures est donc faible. Le schéma auto-cohérent gère lui en partie les phénomènes de percolation et semble donc adapté aux situations de coalescence des fissures, ce qui augmente fortement la perméabilité.

### Application à l'influence de la fraction volumique des grains

Nous appliquons les raisonnements précédents à l'analyse de l'influence de la fraction volumique des grains de sable  $f_s$  sur la perméabilité du mortier. Pour cela nous étudions l'influence de la variation de  $f_s$  pour les deux schémas considérés lorsque les fissures se propagent ( $\epsilon$  augmente). Nous considéreront les valeurs 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 et 0.5 pour  $f_s$ . La figure 9.33 compare les estimations du rapport  $K/K_{(\epsilon=0)}$  pour les deux schémas.

On obtient ainsi deux comportements très différents. Déjà, comme expliqué plus haut, l'estimation de Mori-Tanaka ne rend pas compte d'un changement d'ordre de grandeur de la perméabilité. De plus, l'influence de  $f_s$  est contraire entre les deux schémas. Pour le schéma de Mori-Tanaka, le rapport  $K/K_{(\epsilon=0)}$  est d'autant plus grand que  $f_s$  est grand. Les grains de sable jouent un rôle aggravant lors de la propagation de la fissuration. Au contraire, pour le schéma auto-cohérent, on obtient une diminution forte de ce rapport quand  $f_s$  augmente, et la présence des grains diminue l'impacte de la fissuration sur la perméabilité macroscopique. C'est ce que nous avons obtenu expérimentalement. [59] a étudié la fissuration thermique autour de grains dans un mortier par simulation numérique (figure 9.34), dans les cas où la matrice a un coefficient de dilatation plus fort et plus faible que les grains de sable. Ainsi, lorsque les grains se dilatent davantage, on a un phénomène de fissuration radiale. Or, la forte présence de grains va induire une fissuration entre les grains, si bien que les phénomènes de coalescence de fissures sont limités. Schématiquement, on comprend donc les différences entre les modèles comme suit : sans

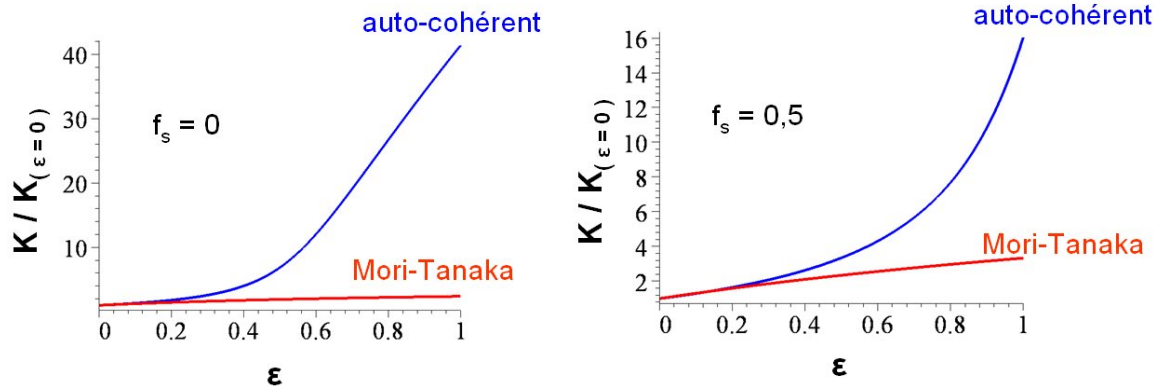


FIGURE 9.32 – Comparaison des estimations du rapport  $K/K_{(\epsilon=0)}$  obtenues par le schéma de Mori-Tanaka et le schéma auto-cohérent, à gauche sans inclusion, à droite avec  $f_s = 0,5$ , en fonction du paramètre de fissuration  $\epsilon$ .

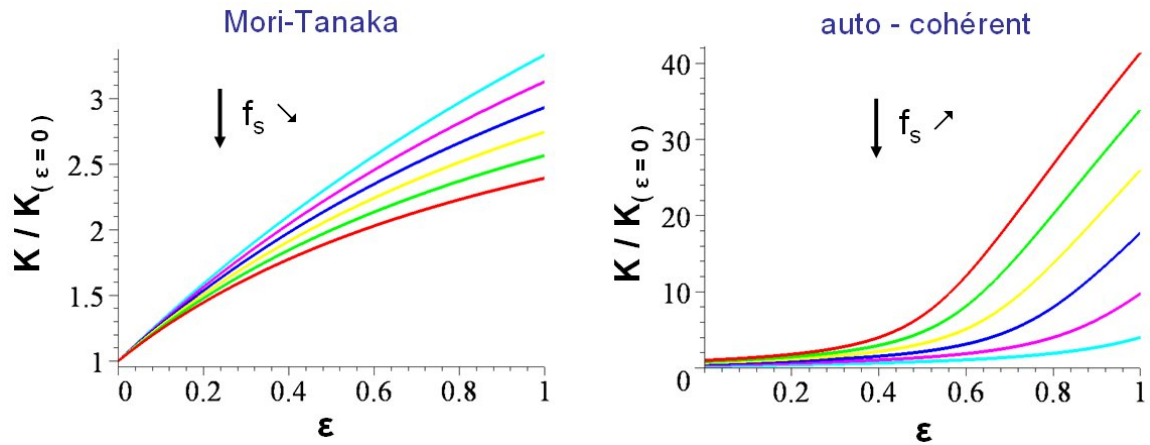


FIGURE 9.33 – Comparaison des estimations du rapport  $K/K_{(\epsilon=0)}$  obtenues par le schéma de Mori-Tanaka à gauche et le schéma auto-cohérent à droite, et influence de la fraction volumique de grains  $f_s$  lors d'une variation du paramètre de fissuration  $\epsilon$ .



inclusion, le schéma auto-cohérent rend compte implicitement d'une coalescence des fissures, si bien que des chemins de fissures sont créés et augmentent fortement la perméabilité. Dans cette situation, une fraction volumique forte de grains va couper ces chemins et aura donc un rôle protecteur vis à vis de la perméabilité. On le voit sur la figure pour des inclusions monodisperses réparties régulièrement, c'est encore plus vrai pour une organisation aléatoire d'inclusions polydisperses [59].

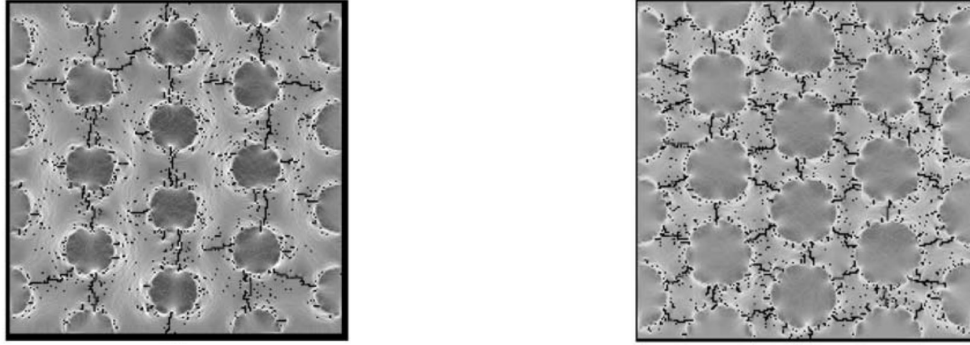


FIGURE 9.34 – Carte de fissuration obtenue par simulation numérique lors d'un chargement thermique lorsque le coefficient de dilatation des grains est plus fort que celui de la matrice. A gauche, pour  $f_s = 28,3\%$ , à droite  $f_s = 50,2\%$  [59].

Revenons sur les résultats expérimentaux présentés plus haut. Nous considérons ici un schéma auto-cohérent avec des inclusions sphériques imperméables, des sphères perméables de pâte de ciment (perméabilité  $k_c$ ) et des fissures, de rapport d'aspect  $X$  et de perméabilité  $k_f$ . Nous prenons  $X = 5 \cdot 10^{-5}$  et  $k_f = 10^6 k_c$ . Nous utiliserons les valeurs de perméabilité mesurées à faible confinement ( 3 MPa ) pour limiter l'effet de fermeture des fissures. Ainsi, l'estimation réalisée permet de rendre compte qualitativement des résultats expérimentaux obtenus sur les mortiers M15, M30 et M58.

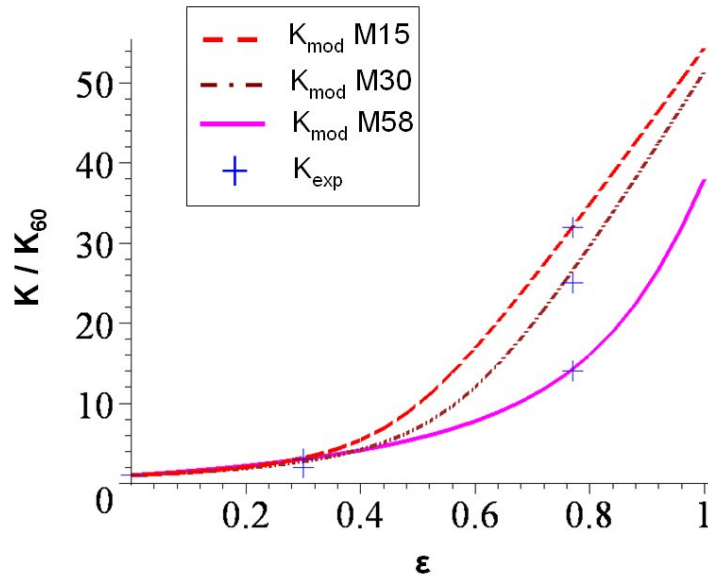


FIGURE 9.35 – Comparaison expérience / modélisation du rapport  $K/K_{60}$  des mortiers M15, M30 et M58 soumis à 200 et 400 °C pour une pression de confinement de 3 MPa.

Finalement, il semble que le schéma auto-cohérent soit mieux approprié pour discuter des propriétés de transport d'un matériau fissuré, notamment dans le cas où la fraction volumique

de grains varie. Toutefois, nous avons obtenu, à fraction volumique constante, des estimations satisfaisantes avec le schéma de Mori-Tanaka, aussi bien pour la mécanique que pour le transport. On pourrait reproduire ce qui a été fait avec un schéma auto-cohérent, néanmoins en l'absence de connaissances précises sur des paramètres tels que le rapport d'aspect des fissures ou la perméabilité de l'interface des grains, on ne pourrait conclure sur les améliorations apportées. Nous ne le ferons donc pas ici.

### Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre nous avons présenté l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport du mortier. Nous avons ainsi exploité les essais réalisés par [30] sur le mortier M58 et avons adopté une approche micromécanique de l'endommagement thermique. Pour cela nous avons envisagé deux mécanismes d'endommagement, une fissuration matricielle et une dégradation de l'interface des grains. Des considérations concernant les contraintes engendrées par les traitements thermiques nous ont permis d'imputer l'endommagement entre 200 et 400 °C à une fissuration matricielle. Cela a ensuite été conforté par les estimations de perméabilité. Par ailleurs, nous nous sommes aussi posés la question de l'influence de la fraction volumique de sable. Si ces grains avaient un impact négatif lors du séchage, il semble qu'ils aient un rôle protecteur lors des traitements thermiques, concernant l'évolution de la perméabilité notamment. Enfin, la question plus générale de l'estimation de la perméabilité des milieux fissurés a été évoquée.





## Chapitre 10

# Capacité de cicatrisation de la pâte de ciment

*Ce chapitre présente brièvement des éléments concernant l'effet d'une resaturation des échantillons exposés à des hautes températures. Nous avons vu précédemment l'endommagement lié à ces températures, on étudie ici l'impact d'une possible réhydratation et on se pose la question : la pâte de ciment a-t-elle une capacité de cicatrisation ?*

### Sommaire

---

<b>10.1 Effet d'une resaturation sur la microstructure de la pâte . . . . .</b>	<b>246</b>
<b>10.2 Évolution expérimentale des propriétés de la pâte resaturée . . . . .</b>	<b>248</b>
10.2.1 Protocole expérimental . . . . .	248
10.2.2 Évolution de la porosité . . . . .	248
10.2.3 Évolution des propriétés mécaniques . . . . .	249
10.2.4 Variations dimensionnelles des échantillons resaturés . . . . .	251

---

## 10.1 Effet d'une resaturation sur la microstructure de la pâte

Nous l'avons vu, les traitements thermiques ont provoqué des départs d'eau dans la pâte, imputés principalement, dans la gamme de température considérée, à la déshydratation des CSH (figure 1.30). Aussi on peut se poser la question de l'effet d'une resaturation de matériaux cimentaires traités thermiquement. Cette question a déjà été soulevée par [52] concernant l'évolution de la porosité d'échantillons de pâte de ciment traités jusqu'à 300 °C puis resaturés. On observe (figure 10.1) une diminution de la porosité des échantillons resaturés, à des niveaux même inférieurs à la porosité des échantillons non traités.

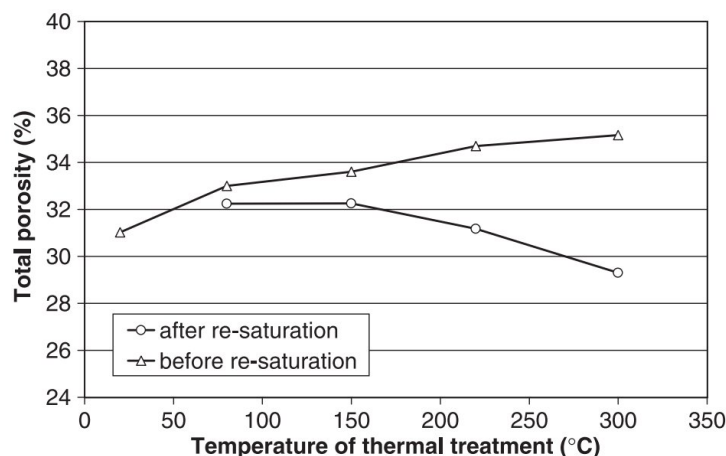


FIGURE 10.1 – Évolution de la mesure de porosité avant et après resaturation pour des échantillons traités jusqu'à 300 °C [52].

Il convient alors de se poser la question de l'effet d'une resaturation sur la microstructure de la pâte, et notamment sur ses constituants. [7] a étudié cet effet pour des pâtes de ciment exposées à des températures jusqu'à 750°C en réalisant des essais d'ATG, de diffraction aux rayons X (DRX) et de RMN pour suivre l'évolution des hydrates de la pâte. Ainsi, par ATG sur des échantillons initialement traités puis resaturés, on observe que l'allure de la perte de masse retrouve l'allure caractéristique de celle la pâte intacte (figure 10.2). Il semble ainsi que

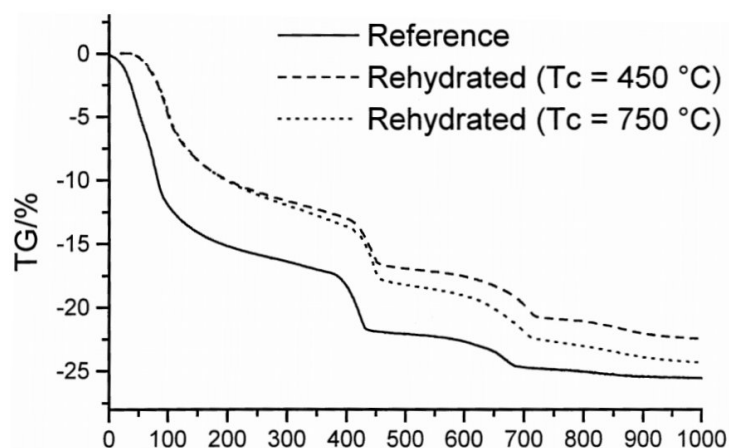


FIGURE 10.2 – Résultats d'ATG sur des échantillons de pâte de ciment traités à 450 et 750 °C puis resaturés, en comparaison à l'état de référence sec [7].

les molécules d'eau aient retrouvé leur emplacement et/ou leur rôle initial. Cette observation a

## 10.1 Effet d'une resaturation sur la microstructure de la pâte

été confirmée par les résultats de DRX et RMN. En effet, alors que les traitements thermiques ont décomposé les hydrates initiaux, la resaturation les a reproduits (figure 10.3), ou du moins a produit des phases dont la signature DRX et RMN est la même.

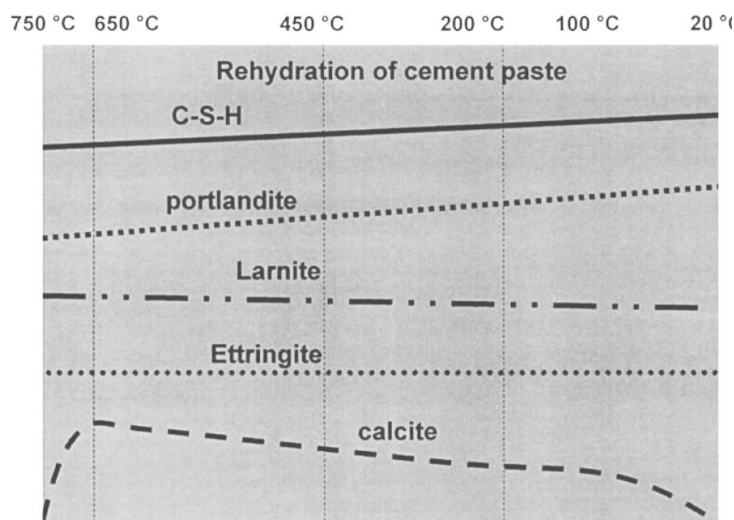


FIGURE 10.3 – Résultats de DRX sur des échantillons de pâte de ciment jusqu'à 750 °C puis resaturés. On observe une reconstitution des espèces initiales [7].

Des résultats précédents on peut donc déduire que la resaturation a eu un effet de réhydratation. Soit en réhydratant les produits de décomposition des traitements thermiques, soit en créant de nouveaux hydrates en consommant des restes d'anhydres. Néanmoins ce processus ne semble pas complètement réversible. En effet [67] a étudié l'effet d'une resaturation de CSH de synthèse tobermoritiques. On avait vu que les traitements thermiques avaient évacué des molécules d'eau de l'espace inter-lamellaire, ce qui avait conduit à diminuer la distance entre ces lamelles. On peut observer alors qu'une resaturation à pression atmosphérique ne permet pas de retrouver la distance inter-lamellaire initiale (figure 10.4).

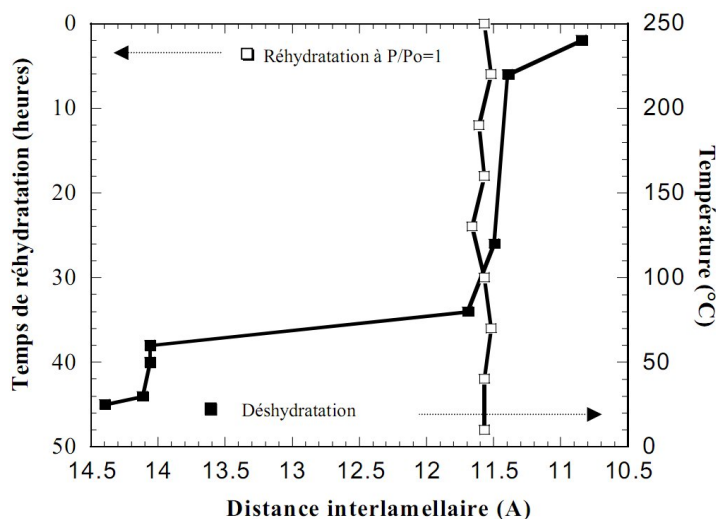


FIGURE 10.4 – Évolution de la distance inter-lamellaire d'un CSH de synthèse tobermoritique dans un processus de déshydratation-resaturation [67].

Au vu de ces résultats, il semble donc que la pâte de ciment ait un pouvoir de cicatrisation,

puisque une resaturation provoque une réhydratation aboutissant à une physico-chimie semblable à la physico-chimie initiale. Toutefois, cette cicatrisation chimique a-t-elle un effet mécanique ? C'est l'objet de la section suivante.

## 10.2 Évolution expérimentale des propriétés de la pâte resaturée

Nous présentons ici des résultats expérimentaux concernant les propriétés d'échantillons resaturés. Cela reste toutefois une introduction à cette problématique de possible cicatrisation de la pâte.

### 10.2.1 Protocole expérimental

Les essais utilisés dans ce chapitre sont réalisés sur des échantillons traités thermiquement. On étudie l'effet d'une resaturation de ces échantillons. Pour cela, on les immerge dans de l'eau à l'intérieur de cloches où le vide est fait. La saturation est jugée terminée une fois que la masse des échantillons est stable. C'est le protocole de l'essai de mesure de porosité par saturation à l'eau (voir 5.1.1).

Une fois la masse stabilisée, les échantillons sont séchés à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  jusqu'à stabilisation de leur masse.

### 10.2.2 Évolution de la porosité

On a présenté au 8.3.1 les résultats des mesures de porosité par saturation à l'eau d'échantillons de Pdc03 et Pdc05 séchés à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  et traités à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ . On avait alors obtenu une augmentation forte de la porosité, qui avait suscité des interrogations. Il est intéressant alors de mesurer la masse des échantillons saturés une fois qu'ils sont remis en étuve à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  et de calculer la porosité correspondant au départ d'eau constaté. On se rend compte alors que, contrairement aux échantillons séchés à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  où l'essai était réversible, la porosité ainsi calculée est bien inférieure à la porosité calculée lors de la saturation (voir figure 10.5). On met ainsi en évidence

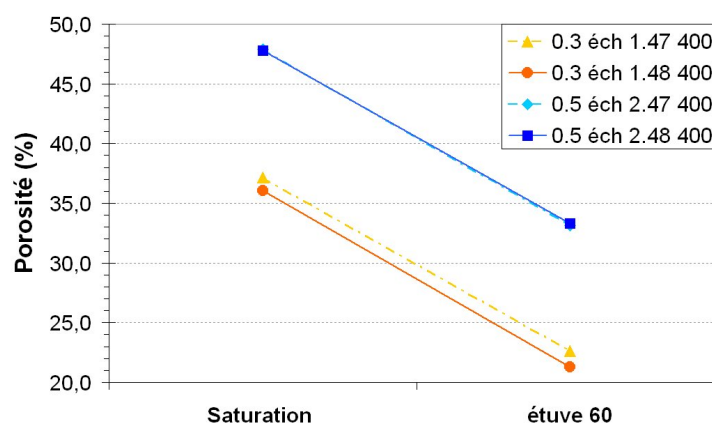


FIGURE 10.5 – Évolution de la mesure de porosité entre la saturation et le séchage à  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  qui la suit pour la Pdc05 exposée à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

une non-réversibilité de la prise de masse lors du séchage après saturation des échantillons traités à  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Cette non-réversibilité peut alors être imputée à une possible réhydratation des échantillons. On peut donc s'intéresser à la reproductibilité de ces résultats en observant l'évolution de la masse des échantillons après saturation, lorsque les échantillons sont soumis à un

## 10.2 Évolution expérimentale des propriétés de la pâte resaturée

séchage à 60 puis 105 °C, puis à une nouvelle saturation. La figure 10.6 montre l'évolution de la masse des échantillons suite à un tel processus, avant resaturation. On s'aperçoit alors qu'une

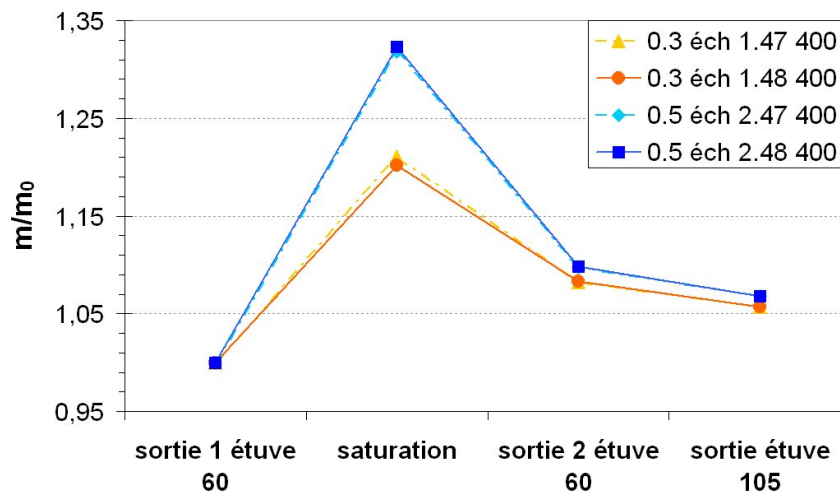


FIGURE 10.6 – Évolution de la masse des échantillons après saturation puis séchage à 60 puis 105 °C.

partie de l'eau qui a envahi l'échantillon n'est pas évacuée par les séchages. Ce résultat ainsi que l'augmentation de la porosité avec la température peuvent s'expliquer par deux phénomènes :

- une hydratation possible des phases anhydres rendues accessibles à l'eau du fait de l'endommagement du gel CSH.
- une réhydratation des hydrates touchés par le traitement thermique, notamment les sulfoaluminates et les CSH.

On peut donc comprendre cette évolution par le caractère réactif de l'eau vis à vis de la pâte endommagée thermiquement. D'ailleurs [81] évoque la possibilité que les molécules d'eau réintègrent l'espace interfoliaire lors d'une resaturation (voir figure 3.11). Il est intéressant alors de refaire une mesure de porosité par saturation à l'eau sur ces échantillons. La figure 10.7 montre la différence de porosité obtenue pour la Pdc03 et la Pdc05 pour les états à 60 et 400 °C. Alors que les échantillons séchés à 60 °C exhibent une valeur de porosité similaire lors des deux saturations, les échantillons traités à 400 °C présentent des résultats très différents. Ainsi la seconde porosité mesurée est bien inférieure à la première. Cela peut s'expliquer par le fait qu'une partie de l'eau de la première saturation a servi à hydrater le matériau. Cette réhydratation a de plus pu permettre de fermer des fissures et donc des chemins connectant des pores. La deuxième saturation n'a alors plus de rôle hydratant et peut également faire face à une porosité occluse qui n'était pas présente initialement puisque connectée par des fissures. On peut alors obtenir une valeur de porosité inférieure à la porosité des échantillons intacts, en accord avec [52] (voir figure 10.1).

Ainsi, la microstructure de la pâte traitée à 400 °C réagit avec l'eau. Il semble qu'elle diminue la porosité apparente, soit en comblant les vides par de nouveaux hydrates, soit en colmatant des fissures.

### 10.2.3 Évolution des propriétés mécaniques

Au vu des résultats précédents il est intéressant de se poser la question de l'évolution des propriétés mécaniques des échantillons resaturés. Nous le ferons ici concernant leur module d'Young  $E$ . Pour cela nous avons effectué des essais de micro-indentation sur une Pdc05 traitée

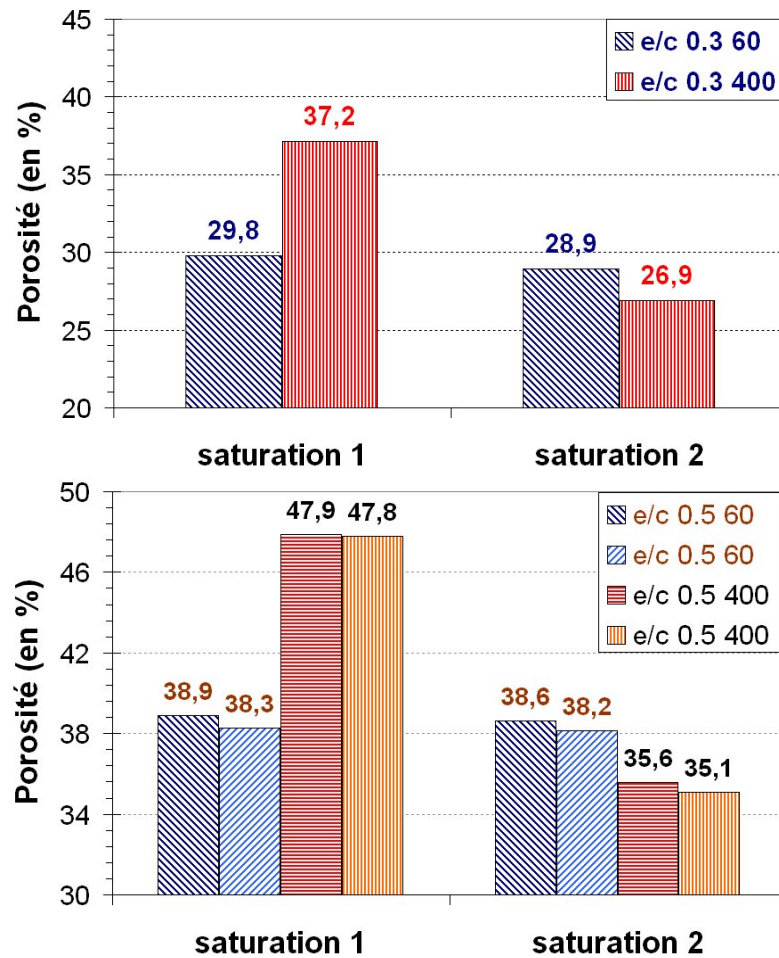


FIGURE 10.7 – Comparaison des porosités obtenues entre les 2 saturations pour les échantillons séchés à  $60^{\circ}\text{C}$  et ceux exposés à  $400^{\circ}\text{C}$ , en haut pour la Pdc03, en bas pour la Pdc05.

## 10.2 Évolution expérimentale des propriétés de la pâte resaturée

à 400 °C puis réhydratée, ainsi que des essais de compression simple sur des échantillons  $\Phi 37$  exposés à 105, 200 et 400 °C puis resaturés.

En micro-indentation nous avons obtenu sur des pastilles de 37 mm de diamètre et 15 mm de haut des modules d'Young moyens à 60 et 400 °C de 9,5 et 7,1 GPa. Le module d'Young moyen lors d'un traitement à 400 °C suivi d'une resaturation a été mesuré à 9,2 GPa. On obtient donc un gain de raideur important par rapport à l'état initial.

Les essais réalisés en compression simple sur des  $\Phi 37$  confirment ce gain de raideur. En effet, la figure 10.8 montre un gain de raideur important de ces échantillons après resaturation.

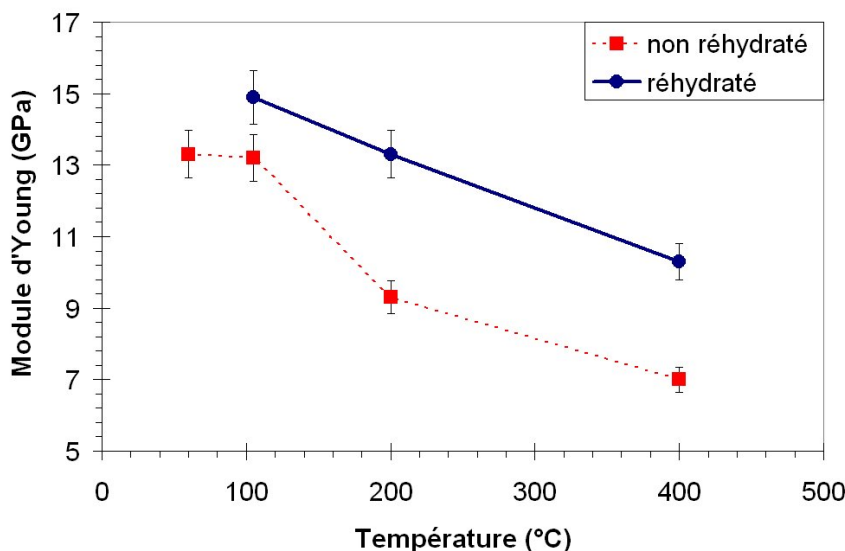


FIGURE 10.8 – Comparaison du module d'Young mesuré sur des échantillons de 37 mm de Pdc05 avec et sans réhydratation, en fonction de la température de traitement.

Ainsi ce gain de raideur confirme les résultats obtenus précédemment pour la porosité. On peut le comprendre en observant la surface des échantillons utilisés en micro-indentation par exemple. Pour cela nous avons utilisé un microscope numérique Keyence VHX-600 sur un échantillon traité à 200 °C et un échantillon traité à 400 puis resaturé. On observe pour l'échantillon traité à 200 °C des fissures sur la surface de l'échantillon. Ces fissures ont une profondeur de plusieurs dizaines de micromètres et une ouverture encore plus grande (figures 10.9 et 10.10).

Pour l'échantillon resaturé l'observation diffère. En effet les figures 10.11 et 10.12 montrent un état de surface moins ou pas fissuré. On voit toutefois le vestige d'une fissure. Cette fissure a été colmatée par une phase non-cristallisée (image en lumière polarisée), qui peut être le produit d'une hydratation de phases déshydratées par le traitement thermique ou de grains anhydres rendus accessibles par une dégradation du gel CSH. Quelque soit son origine, un tel colmatage a un effet mécanique car il comble des fissures existantes, ce qui raidit le matériau.

### 10.2.4 Variations dimensionnelles des échantillons resaturés

Nous avons mesuré les variations dimensionnelles des échantillons resaturés. Il apparaît qu'elles sont négligeables, incluses dans l'erreur des outils de mesure utilisés (pied à coulisse). Ainsi la resaturation ne provoque pas de gonflement des échantillons. Cela est cohérent avec la figure 10.4 qui ne montre pas de variation de la distance inter-lamellaire des CSH lors d'une resaturation. Aussi, étant donnée la prise de masse évoquée auparavant, la masse volumique des échantillons resaturés augmente (figure 10.13). De nouvelles molécules d'eau sont adsorbées ou liées, sans variation de volume.



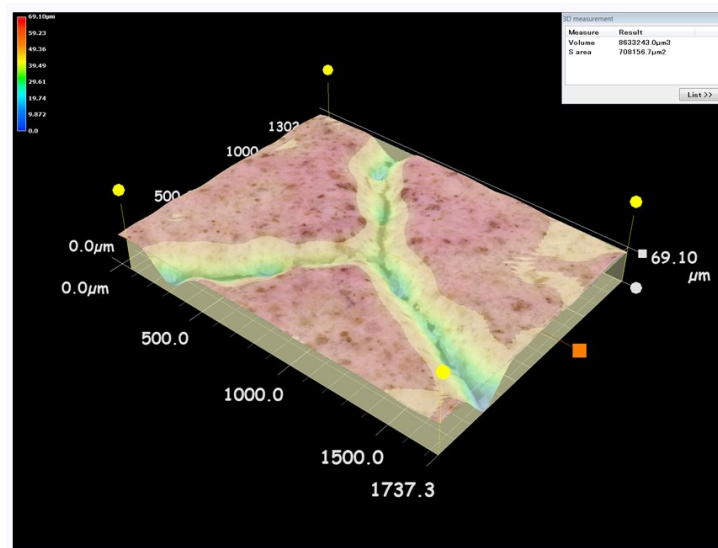


FIGURE 10.9 – Relief de la surface d'un échantillon de Pdc traité à 200 °C. On observe des fissures de plusieurs dizaines de micromètres de profondeur.

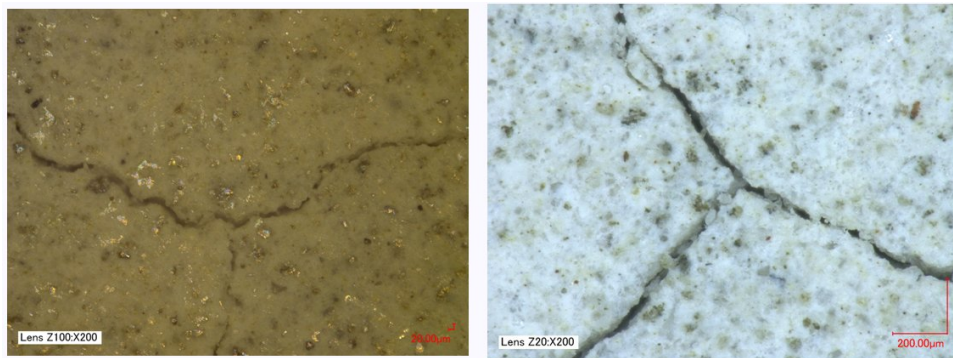


FIGURE 10.10 – Images de la surface d'un échantillon de Pdc traité à 200 °C, en lumière polarisée à gauche et non polarisée à droite. On observe de larges fissures micrométriques.

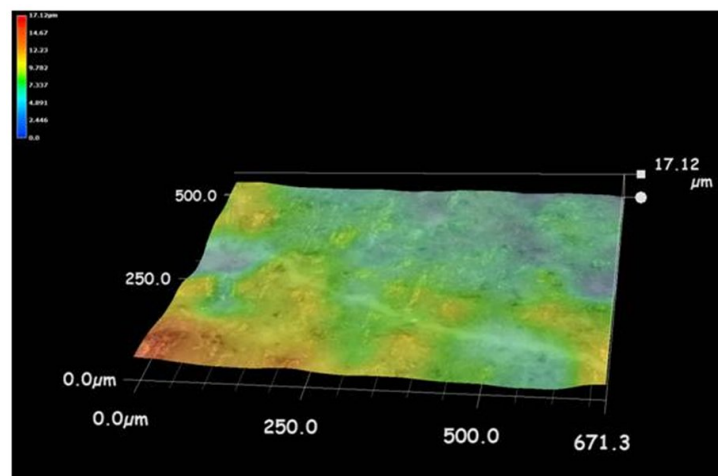


FIGURE 10.11 – Relief de la surface d'un échantillon de Pdc traité à 400 °C et resaturé. On observe le vestige d'une fissure qui a été colmatée.

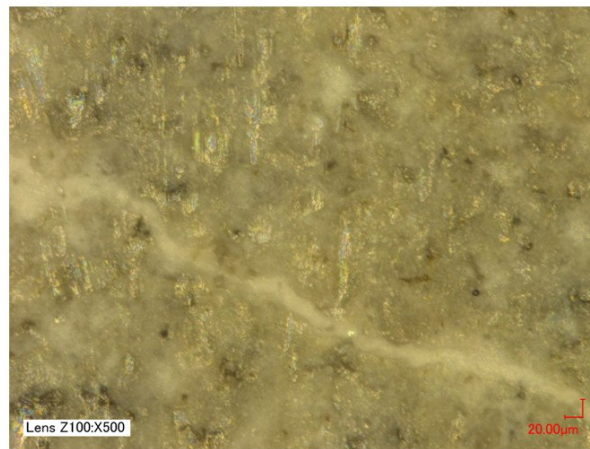


FIGURE 10.12 – Image en lumière polarisée de la surface d'un échantillon de Pdc traité à 400 °C et resaturé. On observe la présence d'une phase non-cristallisée ayant colmaté une fissure.

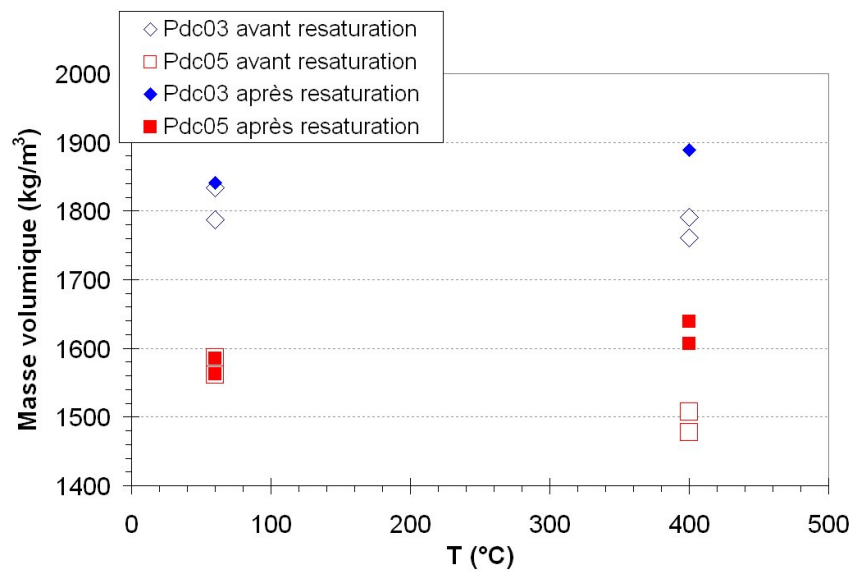


FIGURE 10.13 – Évolution de la masse volumique des échantillons séchés à 60 °C et traités à 400, avant et après resaturation, pour les pâtes Pdc03 et Pdc05.

### Conclusions du chapitre

Ce chapitre d'introduction à l'effet d'une resaturation de pâtes traitées thermiquement montre qu'une cicatrisation des échantillons traités a lieu. Nous avons pu voir en effet que cette resaturation provoquait une réhydratation, et ainsi une cicatrisation à la fois chimique et mécanique, avec un gain de raideur constaté du fait notamment du colmatage de micro-fissures par des produits d'hydratation. Il serait intéressant de confirmer ces premiers résultats par des essais poro-mécaniques et de perméabilité sur des échantillons de pâte de dimensions  $\Phi 20$  notamment, et de les comparer aux résultats présentés au chapitre 8. De plus, la question de l'effet d'une resaturation sur des composites cimentaires (mortiers et bétons) reste ouverte.

# Conclusions

L'objectif de ce travail était d'appréhender l'effet des hautes températures sur les matériaux cimentaires en adoptant une approche multi-échelle, basée à la fois sur des essais macroscopiques et une modélisation micromécanique. Ce travail a principalement porté sur l'effet de la déshydratation des CSH et avait l'ambition de relier l'évolution de ces hydrates à l'évolution des propriétés macroscopiques. Il est apparu alors que l'incertitude sur la morphologie et la nature de ce gel CSH compliquait fortement une approche micromécanique appliquée aux comportements non linéaires. Nous espérons toutefois avoir apporté des éléments de réponses et des pistes d'explications des phénomènes constatés.

Pour cela nous avons étudié des pâtes de ciment d'e/c 0,3 et 0,5 afin de faire varier l'hétérogénéité de la microstructure. L'état de référence choisi est un séchage à 60°C. Nous avons alors étudié l'évolution des propriétés pour des traitements thermiques de 105, 200, 300 et 400 °C après retour à l'état de référence. Ce travail porte ainsi sur les propriétés résiduelles mesurées. Il s'avère que l'état de référence n'est pas un état neutre pour les matériaux cimentaires. La **partie I** a ainsi porté sur les propriétés mécaniques et de transport des matériaux cimentaires secs, à la fois les pâtes de ciments utilisées ici mais aussi des mortiers en tirant partie des travaux de [30] sur les mortiers M58. Après le *chapitre 1* qui a introduit la problématique et les techniques utilisées, nous avons présenté au *chapitre 2* les propriétés mécaniques des mortiers secs. Une estimation micromécanique des propriétés poro-élastiques a montré l'importance de l'interface grains de sable - pâte de ciment. Nous avons alors introduit des modèles à interfaces imparfaites pour prendre en compte un défaut dans cette zone. Par ailleurs, l'influence de la fraction volumique de sable a été discutée, et la question de son influence sur l'épaisseur de l'ITZ posée.

Le *chapitre 3* a porté sur les propriétés poro-élastiques des pâtes de ciment. La microstructure a été présentée. Il est alors apparu que les incertitudes sur la morphologie des CSH étaient encore fortes, ce qui compliquait l'approche multi-échelle et la modélisation micromécanique. Devant ces difficultés le choix d'un modèle à hydrates sphériques a été fait pour permettre des développements analytiques dans une situation d'hydrates à interfaces imparfaites. C'est d'ailleurs un tel modèle multi-échelle qui a été utilisé pour rendre compte avec succès de l'effet du séchage sur la diminution des propriétés poro-élastiques des pâtes de ciment, dû à une diminution de l'eau adsorbée en surface de ces particules. Après leurs propriétés élastiques, nous avons présenté au *chapitre 4* la question de la résistance de ces matériaux, ainsi que des outils micromécaniques d'estimation de cette résistance. Nous avons ainsi pu retrouver les résultats expérimentaux sur mortier en considérant un critère de rupture de Drucker-Prager pour la matrice. De plus, nous nous sommes intéressés pour la pâte de ciment à un domaine de résistance lié à des mécanismes de rupture microscopiques à l'interface des hydrates et au sein des hydrates.

Enfin le *chapitre 5* a porté sur les propriétés de transport de ces matériaux, et principalement sur la perméabilité, propriété clé pour des enjeux de durabilité. Des techniques de mesure de perméabilité au gaz ont été utilisées. Nous avons alors introduit la notion de perméabilité d'interface, pendant pour le transport des défauts d'interface évoqués en élasticité. Cette perméabilité d'interface permet en effet de corriger une sous-estimation de la connexion entre pores d'un

---

schéma classique et de retrouver les valeurs expérimentales.

Une interrogation est alors apparue à la fois pour les propriétés mécaniques et de transport. Les propriétés de la pâte de ciment dans le mortier sont-elles assimilables aux propriétés mesurées sur des échantillons de pâte ? Des essais de nano-indentation sur mortier permettraient d'apporter des réponses. En effet, il semble que le passage micromécanique de la pâte au mortier n'est pas trivial, ce dernier n'étant pas la simple addition de grains de sable et de pâte durcie. Des phénomènes liés à la présence simultanée de grains de sable et de ciment dans le malaxeur compliquent ce passage théorique.

Une fois l'état de référence caractérisé et son impact sur les propriétés observées estimé, la **partie 2** a alors posé la question de l'effet des hautes températures sur ces matériaux. Le *chapitre 6* a présenté une revue bibliographique de l'effet des températures sur les matériaux cimentaires. Les changements physico-chimiques des hydrates ainsi que les dégradations thermiques tels la fissuration ont été discutées. Par ailleurs, l'impact d'un gradient thermique a été posé, notamment dans la situation d'un incendie. Le travail présenté ici, dans un contexte de chauffage lent, permet donc d'étudier la dégradation des matériaux cimentaires en s'affranchissant au maximum de l'effet de structure d'une situation d'un chargement thermique avec gradient.

Nous avons alors présenté au *chapitre 7* un cadre théorique micromécanique pour traiter de l'endommagement thermique des matériaux hétérogènes tels les polycristaux ou les composites à matrice. Nous avons notamment exhibé une déformation équivalente de l'endommagement thermique d'une matrice fissurée et nous avons pu discuter des mécanismes d'endommagement de ces matériaux. L'effet des températures sur les pâtes de ciment étudiées ici a été discuté au *chapitre 8* en exploitant les résultats expérimentaux obtenus sur ces échantillons. Nous avons ainsi mis en évidence une compétition entre endommagement thermique et raidissement des hydrates. De plus, la non sensibilité des propriétés poro-élastiques au confinement pose des questions sur les mécanismes d'endommagement. Un endommagement aux interfaces des hydrates du gel CSH et/ou à l'interface entre le gel CSH et les autres hydrates semble avéré. Toutefois, au vu des incertitudes fortes sur les propriétés de résistance des hydrates et des interfaces évoquées précédemment, une approche micromécanique de l'endommagement thermique de la pâte à ce stade de connaissance n'est pas satisfaisante. Nous avons donc préféré l'utiliser pour l'échelle supérieure, le mortier, en exploitant les résultats obtenus sur pâte.

Ainsi le *chapitre 9* présente les résultats expérimentaux de [30] pour le mortier M58 et une exploitation micromécanique de ces résultats, permettant de quantifier l'endommagement thermique et ses conséquences sur les propriétés poro-élastiques et sur la perméabilité.

Pour finir, le *chapitre 10* évoque la question de la possible hydratation des matériaux cimentaires traités thermiquement lors d'une resaturation. Il semble en effet qu'une resaturation reforme des hydrates et/ou rétablit des propriétés d'interface endommagées par la température, tout en comblant des microfissures.

Ce travail a eu ainsi pour objectif d'appréhender les effets de la température sur les propriétés macroscopiques des matériaux cimentaires en s'interrogeant sur les mécanismes microscopiques mis en jeu. Il n'apporte pas de réponses à toutes les questions posées mais propose une approche multi-échelle et des outils micromécaniques pour traiter ce problème. Cette approche micromécanique a le mérite de se baser sur une étude physique des mécanismes microscopiques mis en jeu. De plus, les techniques expérimentales utilisées, et notamment l'évolution des propriétés élastiques, de la porosité et de la perméabilité sous confinement nous apparaissent comme des outils pertinents pour investiguer l'endommagement par fissuration. Des travaux complémentaires sont donc nécessaires, et notamment sur l'effet des hautes températures sur les propriétés mécaniques et de transport des différents hydrates de la pâte de ciment. Ainsi, une connais-

---

sance plus fine de la morphologie des CSH et des travaux de simulation moléculaire sur l'effet des températures sur les hydrates permettrait d'enrichir les données d'entrée des schémas d'homogénéisation proposés pour la pâte de ciment et répondre mieux aux questions soulevées concernant les mécanismes microscopiques d'endommagement de la pâte. Même l'effet du séchage sur les propriétés des CSH serait une information clé. De plus des essais de nano-indentation sur les échantillons de pâtes de ciment, traités à faible cinétique de chauffe, seraient pertinents. Aussi, des essais de compression triaxiale sur pâtes de ciment nous renseignerait sur le domaine de résistance de ces matériaux et de clarifier les mécanismes microscopiques responsables de la rupture. Par ailleurs, à l'échelle du mortier, la nano-indentation permettrait de répondre aux questions soulevées concernant la possibilité du passage de la pâte de ciment au mortier par homogénéisation. Enfin, le développement d'outils numériques prenant en compte des inclusions non ellipsoïdales à interfaces imparfaites permettrait d'étendre les développements effectués ici pour des sphères à des hydrates allongés ou aplatis.

---

## Annexe A

# Lien entre modèles à interfaces imparfaites et de double inclusion

Au chapitre 2 nous nous sommes intéressés à deux modélisations permettant de prendre en compte la présence de l'ITZ dans les matériaux cimentaires : un modèle de doubles inclusions et un modèle d'inclusions à interfaces imparfaites. Le premier met en jeu une élasticité tridimensionnelle de l'ITZ, de modules de compressibilité et de cisaillement  $k_{ITZ}$  et  $\mu_{ITZ}$ , alors que le second met en jeu une élasticité surfacique, au travers de modules de raideur  $K_n$  et  $K_t$  de l'interface. Ces deux modélisations mettent en jeu une longueur caractéristique, le rayon moyen des inclusions. Le premier modèle rajoute lui une épaisseur de la coque sphérique entourant les inclusions :  $e_{ITZ}$  ici. Est-il alors possible de relier ces deux modélisations et donner par exemple une expression des raideurs d'interface en fonction des propriétés de la coque tridimensionnelle ? La réponse n'est pas évidente.

### A.1 Le modèle avec interface vu comme limite du modèle à double inclusion

[131] a fait le lien entre les deux modélisations en montrant que le modèle avec interfaces imparfaites peut être vu comme le passage à la limite du modèle à doubles inclusions lorsque l'épaisseur  $e$  de la coque sphérique tend vers 0. Il a pour cela considéré le problème d'une couche plane tridimensionnelle élastique isotrope (de modules de compressibilité et de cisaillement  $k$  et  $\mu$ ) que l'on vient charger sur sa face supérieure, dans la direction normale puis tangentielle. La face inférieure est ici bloquée. On peut ainsi calculer la discontinuité de déplacement entre les faces inférieures et supérieures de cette couche, et la relier à une raideur d'interface, dans le cas où l'épaisseur  $e$  est infinitésimale. La figure A.1 résume l'équivalence que l'on cherche à obtenir.

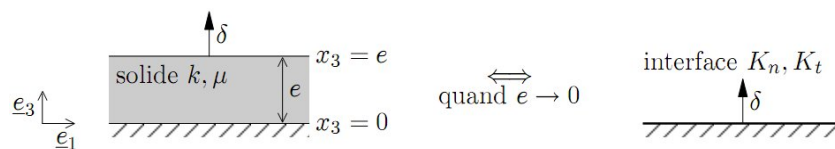


FIGURE A.1 – Équivalence entre la coque sphérique tridimensionnelle et l'interface [131].



Le résultat obtenu est le suivant :

$$\begin{cases} K_n e &= k + \frac{4}{3}\mu \\ K_t e &= \mu \end{cases} \quad (\text{A.1})$$

On peut d'ailleurs, en se rappelant les expressions de  $k$  et  $\mu$  en fonction du module d'Young  $E$  et du coefficient de Poisson  $\nu$ , trouver un lien entre les deux raideurs d'interface :

$$\frac{K_n}{K_t} = \frac{k}{\mu} + \frac{4}{3} = \frac{2(1+\nu)}{3(1-2\nu)} + \frac{4}{3} \quad (\text{A.2})$$

avec  $\nu$  variant entre  $-1$  et  $0,5$ . Pour  $\nu = 0,5$ , le matériau est incompressible et donc  $K_n$  devient infini. Pour un coefficient de Poisson différent, on peut donc relier les deux raideurs d'interface. La figure A.2 montre ainsi l'évolution du rapport  $\frac{K_n}{K_t}$  en fonction du coefficient de Poisson  $\nu$ . Le choix  $K_n = K_t$  qui a été fait est ainsi discutable, faute de disposer de connaissances

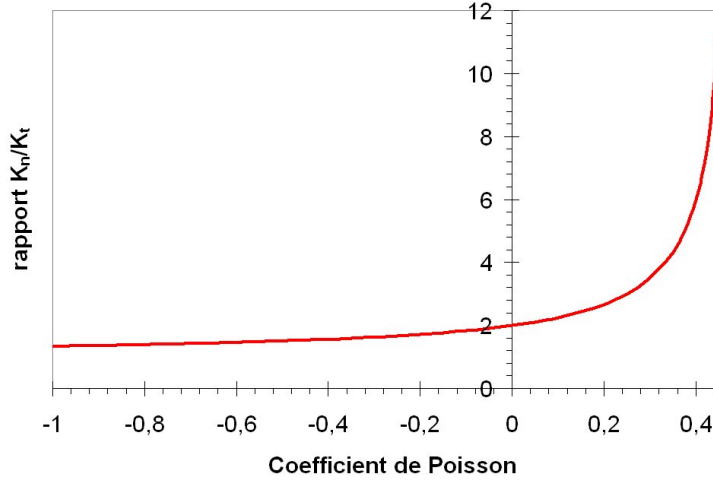


FIGURE A.2 – Evolution du rapport  $\frac{K_n}{K_t}$  en fonction du coefficient de Poisson  $\nu$  de la couche infinitésimale équivalente.

expérimentales. Toutefois, si on considère un coefficient de Poisson proche de la pâte de ciment, soit  $\nu = 0,2$  par exemple, on obtient  $\frac{K_n}{K_t} = \frac{8}{3}$ .

Les relations précédentes permettent donc de lier les deux modélisations, dans le cas où  $e$  tend vers 0. Néanmoins elles tombent en défaut dans le cas d'une couche d'épaisseur non nulle comme c'est le cas ici.

## A.2 Cas d'une couche d'épaisseur non nulle

Dans ce cas, peut-on relier les différentes grandeurs de ces deux modèles ? Cela n'a pas été complètement fait ici. On peut néanmoins tenter d'y répondre. Pour cela il faut déterminer dans quel cadre ces deux modélisations sont équivalentes. Quelle quantité doit être conservée entre ces deux modèles ?

Faisons par exemple le choix de déterminer les relations entre ces quantités permettant d'obtenir la même expression de la contrainte moyenne dans les inclusions de sable lors de la résolution du problème d'Eshelby généralisé associé au schéma considéré. On cherche ainsi les relations où l'interface et la coque sphérique transmettent les contraintes de manière équivalente. Les problèmes d'Eshelby généralisés considérés sont ceux des figures 2.22 et 2.24. On s'intéresse d'abord à la contrainte moyenne dans l'inclusion (milieu 2 pour les deux problèmes) due à une

déformation homogène isotrope appliquée au contour  $\mathbf{E}_0 = E_0 \mathbf{1}$ . La contrainte moyenne dans l'inclusion considérée est isotrope. On note  $\sigma_{di}^{inc}$  et  $\sigma_{int}^{inc}$  les valeurs de ces contraintes pour chacun des problèmes étudiés. On obtient :

$$\begin{cases} \sigma_{di}^{inc} &= \frac{3r_1^3 k_2 E_0 (3k_0 + 4\mu_0)(3k_1 + 4\mu_1)}{12r_2^3 (k_1 - k_2)(\mu_0 - \mu_1) + r_1^3 (3k_2(3k_1 + 4\mu_0) + 4\mu_1(3k_1 + 4\mu_0))} \\ \sigma_{int}^{inc} &= \frac{3r_0 K_n k_2 E_0 (3k_0 + 4\mu_0)}{r_0 K_n (3k_2 + 4\mu_0) + 12k_2 \mu_0} \end{cases} \quad (\text{A.3})$$

On écrit ensuite que ces deux contraintes sont équivalentes, et sachant que  $r_0 = r_2 = r_1 - e$  où  $e$  est l'épaisseur de la coque sphérique, on obtient :

$$K_n = \frac{\mu_0 k_2 (r_0 + e)^3 (3k_1 + 4\mu_1)}{r_0 e (e^3 + 3r_0 e + 3r_0^2)(k_2 - k_1)(\mu_0 - \mu_1)} \quad (\text{A.4})$$

On obtient une expression pour  $K_n$  dépendant des propriétés  $k_1$ ,  $\mu_1$  et  $e$  de la coque sphérique tridimensionnelle. On peut aussi, à  $k_1$ ,  $\mu_1$  et  $K_n$  donnés, déterminer l'épaisseur  $e$  de cette couche. On peut refaire ce travail pour un chargement déviatorique, ce qui nous donnera une expression de  $K_t$  en fonction de ces paramètres (l'expression est alors trop lourde pour être reportée). Utilisons ces expressions pour déterminer l'évolution de l'épaisseur de l'ITZ en fonction de la fraction volumique de sable  $f_s$ . Précédemment, par calcul inverse, sous l'hypothèse  $K_t = K_n$ , nous avons déterminé les valeurs de raideur d'interface permettant de retrouver les résultats expérimentaux. Nous avons vu aussi que l'analogie entre le modèle avec interface et la couche d'épaisseur infinitésimale avait exhibé une expression du rapport  $\frac{K_n}{K_t}$  en fonction du coefficient de Poisson de la couche.

Pour  $\nu = 0.2$ ,  $K_t = \frac{3}{8} K_n$ . On utilise ce rapport ici pour déterminer les raideurs d'interface permettant de retrouver les valeurs expérimentales du module d'Young. On observe sur la figure A.3 que les valeurs de raideur obtenues diffèrent sensiblement des valeurs obtenues avec l'hypothèse  $K_t = K_n$  (tableau 2.25), si bien que ce choix n'est pas neutre. On peut alors utiliser ces

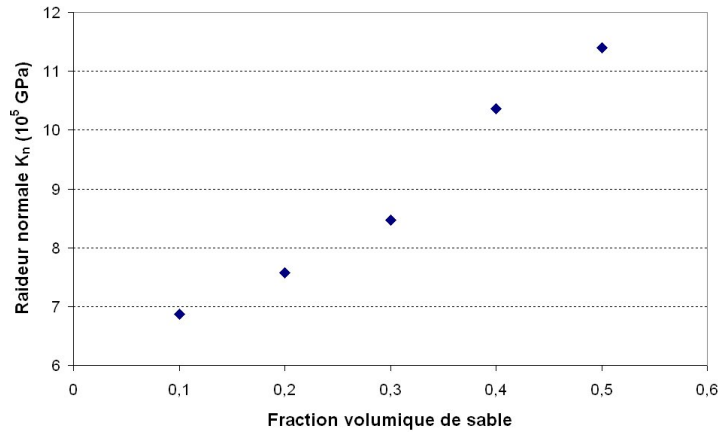


FIGURE A.3 – Calcul inverse de la raideur d'interface  $K_n$  en fonction de la fraction volumique de sable, sous l'hypothèse  $K_t = \frac{3}{8} K_n$ .

valeurs pour déterminer, à modules  $k_1$  et  $\mu_1$  constants, l'épaisseur de la coque sphérique équivalente. En choisissant ces modules comme la moitié des modules de la pâte bulk (coefficient de proportionnalité a), le résultat est obtenu sur la figure A.4.

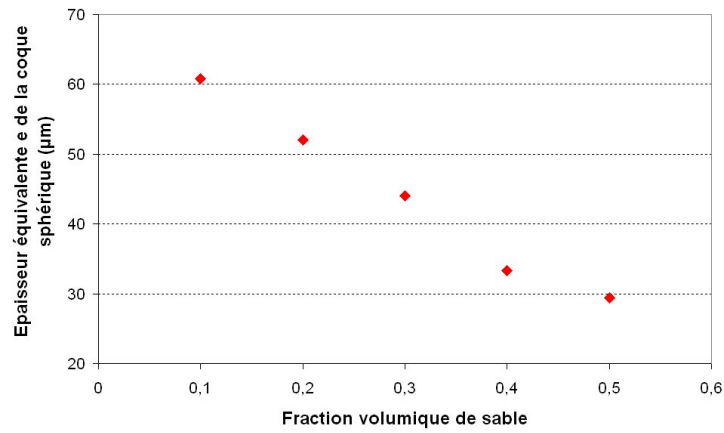


FIGURE A.4 – Calcul de l'épaisseur  $e$  de l'ITZ en fonction de la fraction volumique de sable.

Comme attendu et exprimé plus haut pour l'évolution de la raideur normale d'interface  $K_n$ , l'épaisseur de l'ITZ diminue quand la fraction volumique de sable augmente. Cela est valable si les propriétés élastiques de la coque sphérique restent inchangées. Cette hypothèse semble acceptable si l'ITZ reste une zone où la porosité évolue quasi linéairement en fonction de la distance au grain, d'une porosité *bulk* constante à une porosité au contact du grain qui peut être supposée constante. Dans ce cas, ses propriétés élastiques moyennes ne varient donc pas, seule l'épaisseur de cette ITZ varie. Des essais de nanoindentation à la périphérie des grains dans un mortier ou un béton, pour différentes fractions volumiques de granulats permettraient d'apporter un éclairage à cette hypothèse.

Retenons finalement que l'équivalence entre le modèle de double inclusion et le modèle à interfaces imparfaites est délicate et déterminer l'expression des raideurs d'interface en fonction des propriétés de la coque sphérique reste une question. Néanmoins, étant donnés les avantages du modèle à interfaces imparfaites précédemment mentionnés, ce modèle a été largement utilisé ici.

## Annexe B

# Extension des modèles à interfaces à discontinuités de déplacement au cas d'inclusions non sphériques

Ce travail de thèse a utilisé à plusieurs reprises des modèles à interfaces imparfaites pour rendre compte soit d'un défaut matriciel au voisinage d'une inclusion sphérique, soit d'un défaut d'adhérence entre grains sphériques. Toutefois il est intéressant d'appliquer ces modèles à des situations d'objets ellipsoïdaux non sphériques. En effet il a déjà été noté dans le cas de l'adhérence parfaite que le rapport d'aspect des inclusions avait un impact important sur les propriétés mécaniques homogénéisées [131] (voir figure B.1).

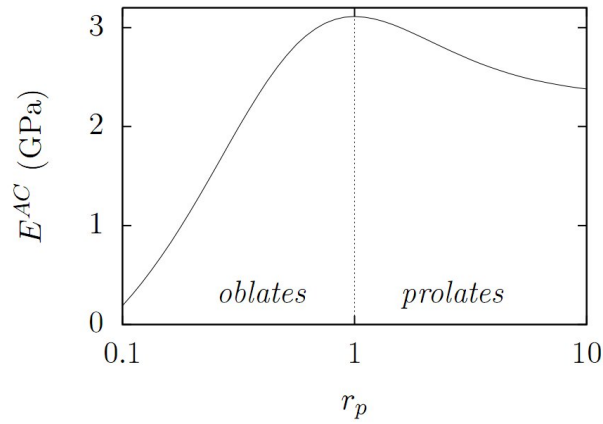


FIGURE B.1 – Estimation auto-cohérente du module d'Young homogénéisé d'un polycristal constitué de cristaux distribués de manière isotrope dans l'espace et de rapport d'aspect  $r_s$  [131].

Cette annexe présente ainsi une extension semi-analytique des modèles à interfaces imparfaites à des inclusions de rapports d'aspects différents de 1 par l'utilisation d'une méthode aux éléments finis. Nous nous placerons ici dans un cas bidimensionnel. Le milieu sera vu comme un composite à matrice constitué d'inclusions cylindriques longues à section elliptique. C'est l'influence du rapport d'aspect de cet ellipse que nous étudions.

## B.1 Approche semi-analytique des propriétés mécaniques homogénéisées d'un milieu à inclusions interfacées.

Nous présentons ici une méthode de calcul semi-analytique des propriétés mécaniques homogénéisées d'un composite à inclusions à interfaces imparfaites (interfaces à discontinuité de déplacement, comme utilisé le long de ce travail de thèse). Pour ce faire nous utilisons la méthode des éléments finis avec des éléments finis joints. Nous pourrions alors exploiter ces simulations numériques pour extraire les composantes du tenseur de localisation des déformations  $\mathbb{A}$ .

### B.1.1 Éléments finis joints bi-dimensionnels

Nous présentons ici les éléments finis joints utilisés dans le code éléments finis Castem. Pour un problème bi-dimensionnel, ce sont des éléments rectangulaires à 4 (JOI2) ou 6 (JOI3) noeuds. Nous utiliserons des JOI2, éléments à quatre noeuds et un point de Gauss (voir figure B.2).  $\underline{n}$  et

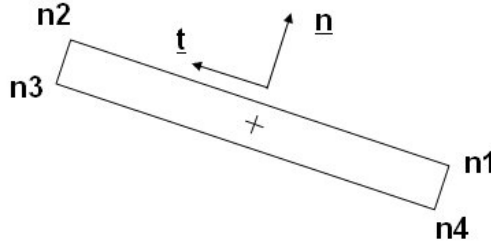


FIGURE B.2 – Élément fini joint JOI2 utilisé sous Castem.

$\underline{t}$  représentent les vecteurs normaux et tangentiels de l'élément, et forment son repère local. Ce sont les vecteurs normaux et tangentiels à l'interface entre deux milieux bidimensionnels. Les déplacements nodaux locaux normaux et tangentiels sont notés  $U_n$  et  $U_t$ . Le vecteur contrainte à l'interface  $\underline{T}$  est exprimé au point de Gauss de l'élément. La loi de comportement de l'élément est alors :

$$\underline{T} = \begin{bmatrix} T_n \\ T_t \end{bmatrix}_{(\underline{n}, \underline{t})} = \mathbb{K} \cdot \underline{U} = \begin{bmatrix} K_n & 0 \\ 0 & K_t \end{bmatrix}_{(\underline{n}, \underline{t})} \cdot \begin{bmatrix} U_n \\ U_t \end{bmatrix}_{(\underline{n}, \underline{t})} \quad (\text{B.1})$$

Nous utiliserons donc ces éléments à l'interface entre les inclusions et le milieu de référence pour la résolution du problème d'Eshelby généralisé (voir 2.4.4).

### B.1.2 Démarche de calcul

On utilise la méthode des éléments finis pour résoudre le problème d'Eshelby pour une inclusion interfacée. L'objectif est en effet de calculer les composantes du tenseur de localisation des déformations  $\mathbb{A}_{esh}$  dans le problème d'Eshelby. Pour cela, imposant une déformation macroscopique à l'infini  $\mathbf{E}_0$ , et calculant la déformation dans l'inclusion induite, on détermine  $\mathbb{A}_{esh}$  par la relation :

$$\varepsilon = \mathbb{A}_{esh} : \mathbf{E}_0 \quad (\text{B.2})$$

Dans un problème 2D, ce tenseur a 16 coefficients  $A_{ijkl}$  pour  $i, j, k, l$  prenant les valeurs 1 et 2. 3 chargements macroscopiques en déformation imposée à l'infini permettent de calculer ces coefficients :

- chargement 1 :  $E_{0\ 11} = 1, E_{0\ 22} = E_{0\ 12} = E_{0\ 21} = 0$ .

- chargement 2 :  $E_{0\ 22} = 1, E_{0\ 11} = E_{0\ 12} = E_{0\ 21} = 0$ .
- chargement 3 :  $E_{0\ 12} = E_{0\ 21} = 1, E_{0\ 11} = E_{0\ 22} = 0$ .

Par exemple, pour le chargement 1, le calcul des déformations dans l'inclusion donne :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{11} &= A_{1111} \\ \varepsilon_{22} &= A_{2222} \\ \varepsilon_{12} = \varepsilon_{21} &= A_{1211} = A_{2111} = 0\end{aligned}\tag{B.3}$$

Le tenseur obtenu sera homogène dans l'inclusion si les déformations le sont. Ceci est vérifié pour le problème classique d'Eshelby dans le cas d'inclusions ellipsoïdales (ou elliptiques en 2D). Il en est de même dans le cas d'inclusions sphériques (ou circulaires en 2D) avec interfaces imparfaites. Dans le cas d'inclusions ellipsoïdales avec interfaces imparfaites, l'homogénéité de la déformation ne sera plus. Nous utiliserons donc la démarche précédente, mais nous calculerons la moyenne des déformations et des contraintes dans l'inclusion, ce qui permettra de calculer les propriétés homogénéisées. On aura :

$$\begin{aligned}\overline{\varepsilon}_{inc} &= \mathbb{A}_\varepsilon : \mathbf{E}_0 \\ \overline{\sigma}_{inc} &= \mathbb{A}_\sigma : \mathbf{E}_0\end{aligned}\tag{B.4}$$

Les moyennes des champs de déformations et de contraintes dans l'inclusion se calculent comme suite :

$$\begin{aligned}\overline{\varepsilon}_{inc} &= \frac{1}{|S|} \int_{\partial S} \underline{n}^s \otimes \underline{u} dl \\ \overline{\sigma}_{inc} &= \frac{1}{|S|} \int_{\partial S} \underline{r}^s \otimes \underline{T} dl\end{aligned}\tag{B.5}$$

où  $S$  est la surface de l'inclusion,  $dl$  un élément de longueur de son contour.

Aussi, en extrayant les valeurs  $U_n, U_t, T_n$  et  $T_t$  dans les éléments du contour de l'inclusion, et en interpolant ces valeurs pour obtenir les fonctions  $U_{n(\theta)}, U_{t(\theta)}, T_{n(\theta)}$  et  $T_{t(\theta)}$ , on peut calculer les moyennes de la formule B.5. L'angle  $\theta$  est l'angle polaire de la base cylindrique (voir figure B.3).

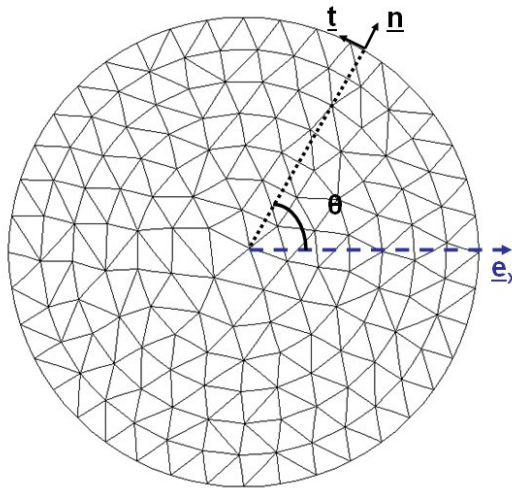


FIGURE B.3 – Repérage du vecteur normal et tangentiel des éléments du contour de l'inclusion.

Nous utiliserons ici une interpolation par splines, l'interpolation polynomiale conduisant à une erreur tendant vers l'infini avec le nombre de points utilisés (phénomène de Runge).

---

## B.2 Application à l'estimation des propriétés mécaniques d'un composite à matrice à inclusions interfacées.

Nous appliquons l'approche précédente à l'estimation des propriétés mécaniques homogénéisées d'un composite à matrice constitué d'inclusions à interfaces imparfaites. Nous nous plaçons dans un cadre bi-dimensionnel. Les inclusions sont donc des cylindres allongés, qui seront pris à section circulaire dans un premier temps, puis à section elliptique. Dans cette partie, le milieu de référence et l'inclusion seront élastiques isotropes avec :  $E_m = 22 \text{ GPa}$ ,  $\nu_m = 0,22$  pour la matrice,  $E_s = 80 \text{ GPa}$ ,  $\nu_s = 0,3$  pour l'inclusion. La fraction surfacique des inclusions est prise égale à 0,5.

### B.2.1 Application à des inclusions circulaires

Le milieu étudié ici est un composite à matrice à inclusions cylindriques parallèles à section circulaire (voir figure B.4). Ces inclusions ont par ailleurs une interface de raideur finie. Nous

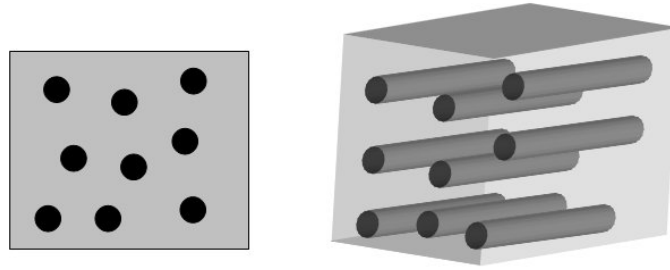


FIGURE B.4 – Composite à matrice à inclusions cylindriques parallèles à section circulaire.

testons sur ce milieu l'approche présentée précédemment. En effet, pour une section circulaire (de rapport d'aspect égale à 1), nous disposons d'une solution analytique du problème d'Eshelby généralisé, que nous pourrions donc comparer à la solution numérique.

#### Résolution du problème d'Eshelby

Nous résolvons ici le problème d'Eshelby généralisé pour le cas d'une inclusion à section circulaire. Nous utilisons deux chargements en déformation auxiliaire à l'infini :

- une déformation auxiliaire *sphérique*  $\mathbf{E}_0$  avec :  $E_{0\ 11} = E_{0\ 22} = 1$ ,  $E_{0\ 12} = E_{0\ 21} = 0$ .
- une déformation auxiliaire *déviatorique*  $\mathbf{E}_0$  avec :  $E_{0\ 11} = E_{0\ 22} = 0$ ,  $E_{0\ 12} = E_{0\ 21} = 1$ .

**Vérification du caractère *infini* du milieu de référence** Le premier aspect à vérifier est le caractère *infini* du milieu de référence. Pour cela, pour un rayon d'inclusion de 1, nous faisons varier la dimension du milieu de référence (pris carré ici). Nous comparons alors la déformation ( $\varepsilon_{11}$  ici pour le chargement sphérique) dans l'inclusion calculée avec la solution du problème d'Eshelby (voir la figure B.5). Nous observons que le milieu de référence carré doit avoir un côté au moins 60 fois plus grand que le rayon de l'inclusion.

**Calcul de la déformation moyenne dans l'inclusion** Pour les deux chargements utilisés, nous calculons la déformation moyenne dans l'inclusion. Cette déformation est homogène pour une section circulaire (voir figure B.6).

Nous comparons alors pour les deux chargements la déformation moyenne dans l'inclusion en faisant varier la raideur d'interface (avec  $K_n = K_t$ ) (voir figure B.7). Nous obtenons donc un très bon accord entre le résultat de la simulation numérique et le calcul analytique.

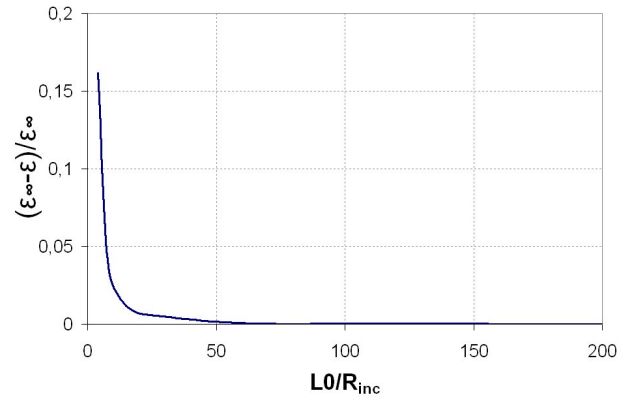


FIGURE B.5 – Comparaison de la déformation  $\varepsilon_{11}$  dans l'inclusion avec la solution  $\varepsilon_{\infty 11}$  du problème d'Eshelby, pour différents rapports  $L_0/R_{inc}$ , où  $L_0$  est la dimension du milieu de référence et  $R_{inc}$  le rayon de l'inclusion .

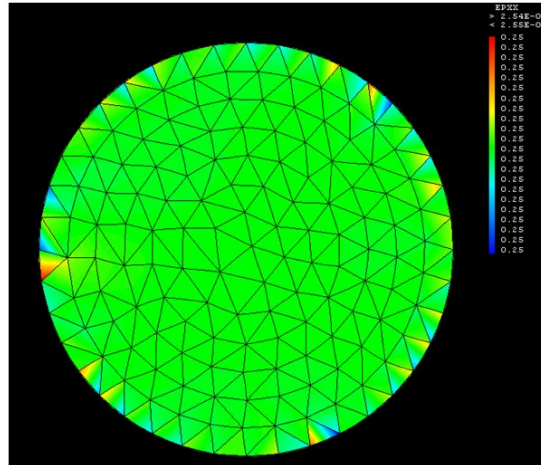


FIGURE B.6 – Déformation  $\varepsilon_{11}$  dans l'inclusion pour le chargement sphérique.

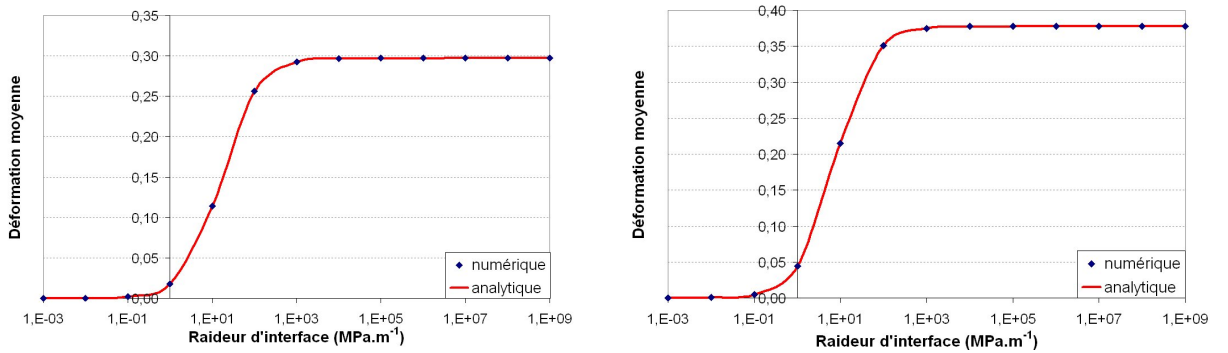


FIGURE B.7 – Comparaison de la déformation moyenne dans l'inclusion entre le calcul analytique et la simulation numérique. A gauche, pour le chargement sphérique, à droite pour le chargement déviatorique.



## Estimation des propriétés homogénéisées

Nous utilisons les résultats précédents pour calculer les composantes des tenseurs de localisation. Nous appliquons ensuite un schéma de Mori-Tanaka pour déterminer les modules élastiques homogénéisés et comparons ces résultats au calcul analytique (voir la figure B.8).

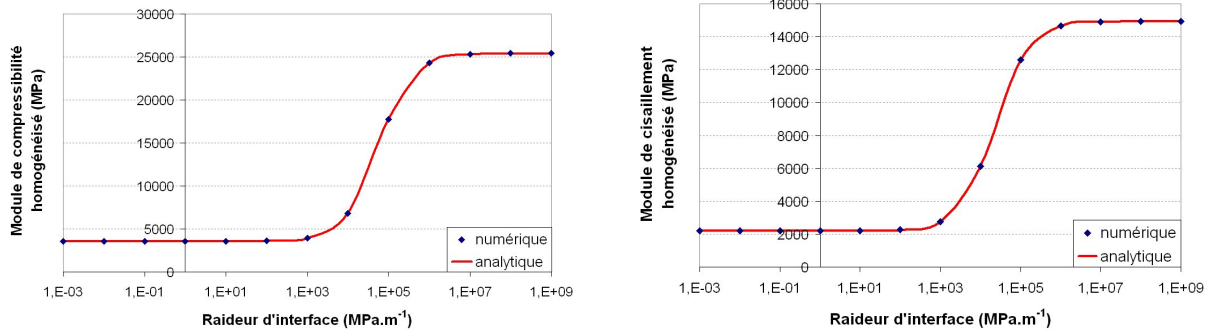


FIGURE B.8 – Comparaison des modules homogénéisés entre le calcul analytique et la simulation numérique. A gauche, pour le module de compressibilité, à droite pour le module de cisaillement.

La procédure de calcul présentée et validée pour une section circulaire peut alors être appliquée à des sections elliptiques.

### B.2.2 Application à des inclusions elliptiques

Nous appliquons ici l'approche précédente au cas d'inclusions à section elliptique avec interfaces imparfaites, avec un rapport d'aspect unique pour toutes les inclusions. Nous ne disposons alors pas de comparaison analytique pour des raideurs d'interface finies. Toutefois, nous pourrions utiliser deux cas limites analytiques, avec  $K_t = K_n$  :

- pour  $K_n \rightarrow \infty$ , les inclusions ont des interfaces parfaites et nous disposons d'une solution analytique.
- pour  $K_n = 0$ , il y a décohésion entre les inclusions et la matrice, si bien que les inclusions n'ont plus de rôle mécanique et sont assimilables à des pores. Nous disposons de nouveau d'une solution analytique.

Ces deux cas limites permettent donc de tester la validité du calcul numérique. Le type de microstructure étudié est représenté sur la figure B.9.

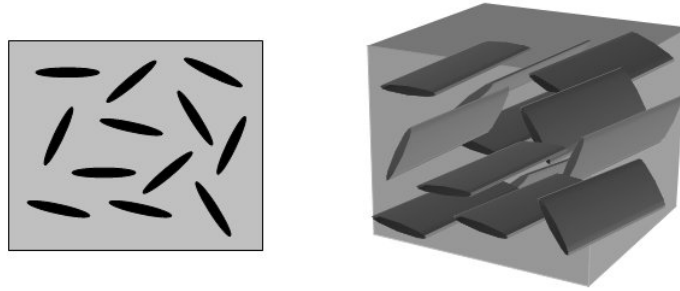


FIGURE B.9 – Composite à matrice avec inclusions cylindriques parallèles à section elliptique de rapport d'aspect unique.

## Application de la démarche à une section elliptique

Nous utilisons la procédure de calcul précédente à une section elliptique de rapport d'aspect  $\omega = 0,5$ . La déformation dans l'inclusion n'est alors plus homogène (voir figure B.10).

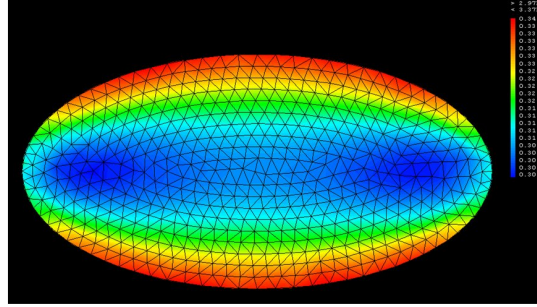


FIGURE B.10 – Déformation  $\varepsilon_{11}$  dans l'inclusion pour le chargement 1 ( $E_{0\ 11} = 1$ ,  $E_{0\ 22} = E_{0\ 12} = E_{0\ 21} = 0$ ), et  $RK_n/k_s = 1$ .

Nous appliquons ensuite la démarche de calcul présentée au B.1.2. Le vecteur contrainte varie le long du contour de l'interface, pour un angle polaire  $\theta$  variant entre 0 et  $2\pi$  (voir figure B.11). On observe qu'une interpolation par splines est efficace.

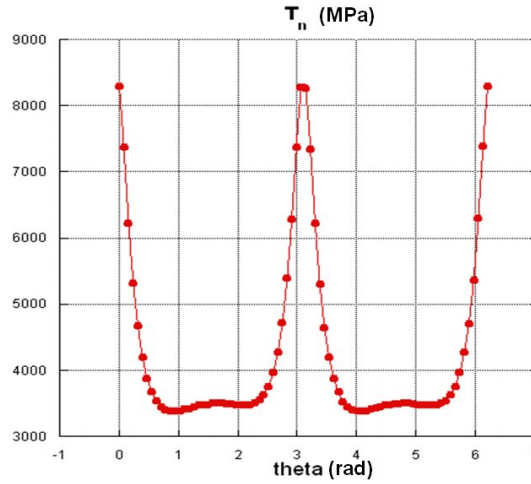


FIGURE B.11 – Comparaison des valeurs de  $T_n$  extraites du calcul élément fini (les ronds pleins ici) avec l'interpolation par splines (en trait plein).

L'estimation de Mori-Tanaka du module de compressibilité homogénéisé est présentée sur la figure B.12, pour une raideur d'interface variant entre 0 et  $\infty$ . Nous observons un bon accord entre l'estimation obtenue et l'estimation analytique pour les 2 cas limites décrits plus hauts.

## Influence du rapport d'aspect

Nous étudions ici l'influence du rapport d'aspect sur l'évolution des modules élastiques homogénéisés lorsque la raideur d'interface des inclusions varie. Pour les faibles rapports d'aspect, un souci particulier doit être porté à la finesse du maillage, pour éviter les concentrations de contraintes aux coins de l'inclusion (voir la figure B.13).

On calcule les modules élastiques homogénéisés pour différents rapports d'aspect et différentes raideurs d'interface (voir figure B.14). A raideur d'interface nulle (les inclusions sont

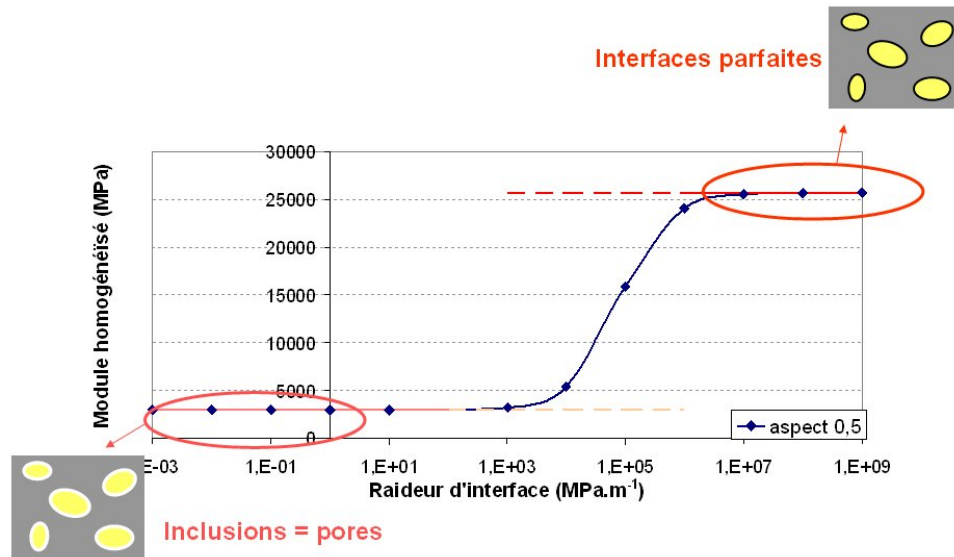


FIGURE B.12 – Module de compressibilité homogénéisé estimé par le schéma de Mori-Tanaka. On compare l'estimation semi-analytique aux résultats analytiques dans les cas limites  $K_n = 0$  et  $K_n \rightarrow \infty$ , pour  $K_n = K_t$ .

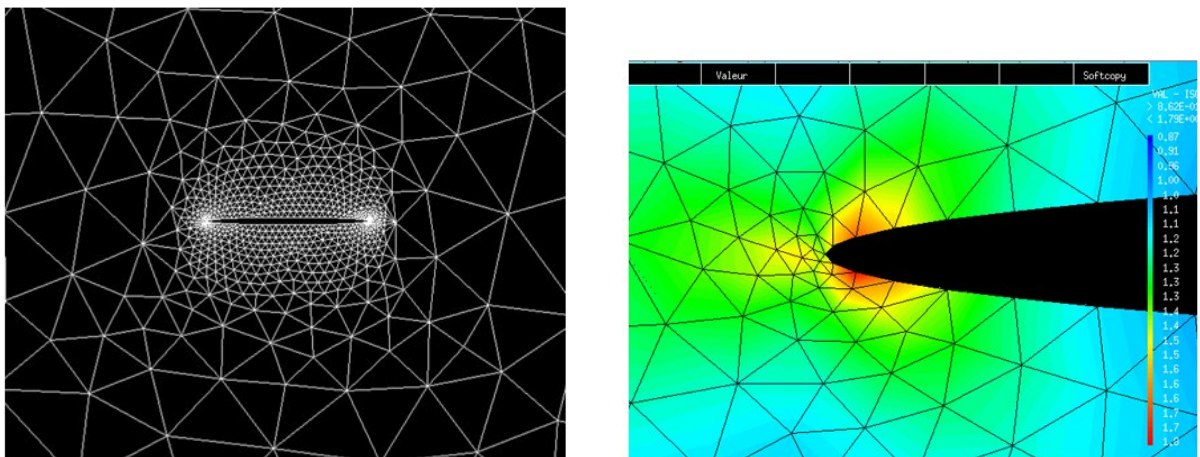


FIGURE B.13 – Maillage du problème d'Eshelby 2d pour des inclusions à section elliptique.

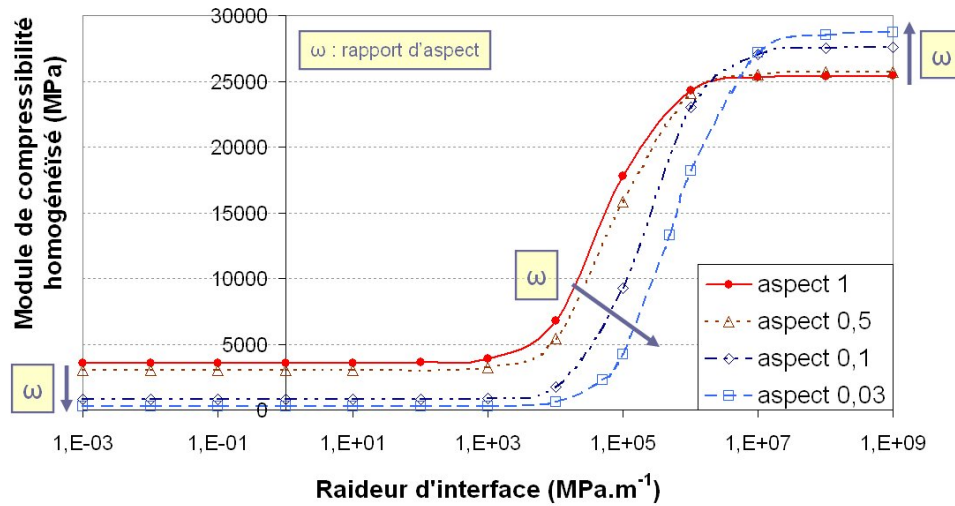


FIGURE B.14 – Evolution du module de compressibilité homogénéisé en fonction de la raideur d'interface, pour différents rapports d'aspect.

assimilables à des pores), le milieu homogénéisé sera d'autant moins compressible que les inclusions ont une section de rapport d'aspect proche de 1. Au contraire, à raideur d'interface infinie (interfaces parfaites), le milieu homogénéisé sera moins compressible pour des inclusions à section aplatie. Ainsi, pour maximiser le module homogénéisé à raideur infinie, il faut préférer des inclusions à section aplatie. Toutefois, si les interfaces de ces inclusions se dégradent, la dégradation des propriétés macroscopiques sera plus rapide que pour des inclusions à section circulaire.

## Conclusions de l'annexe

Nous présentons dans cette annexe une procédure de calcul semi-analytique des propriétés mécaniques homogénéisées d'un composite à matrice constitué d'inclusions cylindriques à section elliptique (de même rapport d'aspect) ayant une interface de raideur finie. Cette procédure se base sur une résolution aux éléments finis du problème d'Eshelby généralisé correspondant. Cette approche peut être étendue au cas tridimensionnel, la difficulté portant alors sur le maillage d'une ellipsoïde plongée dans un milieu *infini*, ces deux milieux étant séparés par des éléments joints. Ce maillage a été réalisé avec succès par le logiciel de maillage GMSH, et le calcul des propriétés mécaniques homogénéisées pourrait alors être fait pour des inclusions ellipsoïdales à interfaces imparfaites.

---

# Bibliographie

- [1] P. ACKER. *Micromechanical analysis of creep and shrinkage mechanisms*, in : F.-J. Ulm, Z. Bazant, F. Wittmann (Eds.), *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and other Quasi-Brittle Materials*. Elsevier, Oxford, UK, 2001.
- [2] J.A. AL-MUDAIHEEM. « Effect of drying-rewetting on Elastic Modulus of Portland Cement Paste and Mortar ». Dans : *J. King Saud Univ.* 1 (1989), p. 53–66.
- [3] G. ALFANO et M.A. CRISFIELD. « Finite element interface models for the delamination analysis of laminated composites : mechanical and computational issues. » Dans : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 50 (2001), p. 1701–1736.
- [4] K. ALIGIZAKI. *Pore structure of cement-based materials : testing interpretation and requirements*. Spon Press, 2005.
- [5] R. ALIZADEH, J.J. BEAUDOIN et L. RAKI. « Mechanical properties of calcium silicate hydrates ». Dans : *Materials and Structures* 44 (2011), p. 13–28.
- [6] A.J. ALLEN, J.J. THOMAS et H.M. JENNINGS. « Composition and density of nanoscale calcium-silicate-hydrate in cement ». Dans : *Nature Materials* 6 (2007), p. 311–316.
- [7] C. ALONSO et L. FERNANDEZ. « Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments ». Dans : *Journal of Materials Science* 39 (2004), p. 3015–3024.
- [8] C. ALONSO et L. FERNANDEZ. « Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperatures environments ». Dans : *Journal of Materials Science* 39 (2004), p. 3015–3024.
- [9] Y. ANDERBERG. « Spalling phenomena of HPC ». Dans : *International workshop on Fire Performance of High Strength Concrete, NIST Special Publication* 919 (1997).
- [10] L. ARLACON-RUIZ et al. « The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Research* 35 (2005), p. 609–613.
- [11] G.I. BARENBLATT. « The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture ». Dans : *Advances in Applied Mechanics* 7 (1962), p. 55–129.
- [12] V. BAROGHEL-BOUNY et al. « Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials ». Dans : *Cement and Concrete Research* 29 (1999), p. 1225–1238.
- [13] J.F. BARTHÉLÉMY. « Approche micromécanique de la rupture et de la fissuration dans les géomatériaux ». Thèse de doct. 2005.
- [14] Z.P. BAZANT et M.F. KAPLAN. *Dynamics of fluids in porous media*. Longman Group, England, 1996.
- [15] J.J. BEAUDOIN et al. « Dimensional change and elastic behavior of layered silicates and Portland cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 32 (2010), p. 25–33.

- 
- [16] D. P. BENTZ et E. J. GARBCOZI. « Percolation of Phases in a Three-Dimensional Cement Paste Microstructural Model ». Dans : *Cement and Concrete Research* ().
  - [17] O. BERNARD, F.-J. ULM et E. LEMARCHAND. « A multiscale micromechanics-hydration model for the early-age elastic properties of cement-based materials ». Dans : *Cement and Concrete Research* 33 (2003), p. 1293–1309.
  - [18] M.A. BIOT. « General theory of three dimensional consolidation ». Dans : *Journal of Applied Physics* 12 (1941), p. 155–164.
  - [19] J. BISSCHOP et J.G.M. Van MIER. « How to study drying shrinkage microcracking in cement-based materials using optical and scanning electron microscopy ». Dans : *Engineering Fracture Mechanics* 32 (2002), p. 279–287.
  - [20] M. BORNERT, T. BRETEAU et P. GILORMINI. *Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Hermes Sciences Publications, 2001.
  - [21] M. BORNERT, T. BRETEAU et P. GILORMINI. *Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 2 : Comportements non linéaires et problèmes ouverts*. Hermes Sciences Publications, 2001.
  - [22] A. BOUMIZ, C. VERNET et F.C. TENOUDJIT. « Mechanical Properties of Cement Pastes and Mortars at Early Ages ». Dans : *Advanced Cement Based Materials* 3 (1996), p. 94–106.
  - [23] N. BURLION, F. BOURGEOIS et J.-F. SHAO. « Effects of dessication on mechanical behaviour of concrete ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 27 (2005), p. 367–379.
  - [24] N. BURLION, F. SKOCZYLAS et T. DUBOIS. « Induced anisotropic permeability due to drying of concrete ». Dans : *Cement and Concrete Research* 33 (2003), p. 679–687.
  - [25] G.T. CAMACHO et M. ORTIZ. « Computational modelling of impact damage in brittle materials ». Dans : *International Journal of Solids Structures* 33 (1996), p. 2899–2938.
  - [26] P. Ponte CASTAÑEDA. « The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites ». Dans : *Journal of the Mechanics and the Physics of Solids* 39 (1991), p. 45–71.
  - [27] P. Ponte CASTAÑEDA et J.-R. WILLIS. « The effect of spatial distribution on the effective behavior of composite materials and cracked media ». Dans : *Journal of the Mechanics and the Physics of Solids* 43 (1995), p. 1919–1951.
  - [28] M. CASTELLOTE et al. « Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 1633–1644.
  - [29] H. Le CHATELIER. « Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques ». Thèse de doct. 1887.
  - [30] X.T. CHEN. « Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires - propriétés hydrauliques et changements morphologiques ». Thèse de doct. 2009.
  - [31] X.T. CHEN et al. « Effect of heat-treatment and hydrostatic loading upon the poro-elastic properties of a mortar ». Dans : *Cement and Concrete Research* 39 (2009), p. 195–205.
  - [32] X.T. CHEN et al. « Experimental and micro-mechanical analysis of the mechanical and transport properties of mortar containing heat-induced micro-cracks. » Dans : *Cement and Concrete Research* 32 (2010), p. 678–685.

- [33] M. S. CÜLFİK et T. ÖZTURAN. « Effect of elevated temperatures on the residual mechanical properties of high-performance mortar. » Dans : *Cement and Concrete Research* 32 (2002), p. 809–816.
- [34] X. CONG et R.J. KIRKPATRICK. « Si MAS NMR study of the structure of calcium silicate hydrate ». Dans : *Advanced Cement Based Materials* 3 (1996), p. 144–156.
- [35] G. CONSTANTINIDES et F.-J. ULM. « The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials : Results from nanoindentation and micromechanical modeling ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 67–80.
- [36] R.A. COOK et K.C. HOVER. « Mercury porosimetry of hardened cement pastes ». Dans : *Cement and Concrete Research* 29 (1999), p. 933–943.
- [37] O. COUSSY. *Poromechanics*. John Wiley et Sons, 2004.
- [38] C.R. CRUZ et M. GILLEN. « Thermal expansion of Portland cement paste, mortar and concrete at high temperatures. » Dans : *Fire and Materials* 4 (1980), p. 66–70.
- [39] E. DANA et F. SKOCZYLAS. « Gas relative permeability and pore structure of sandstones ». Dans : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 36 (1999), p. 613–625.
- [40] N.P. DAPHALAPURKAR et al. « Determination of Mechanical Properties of Sand Grains by Nanoindentation ». Dans : *Experimental Mechanics* 51 (2011), p. 719–728.
- [41] C. A. DAVY et al. « Permeability of macro-cracked argillite under confinement : Gas and water testing ». Dans : *Physics and Chemistry of the Earth* 32 (2007), p. 667–680.
- [42] M.J. DEJONG et F.-J. ULM. « The nanogranular behavior of C-S-H at elevated temperatures (up to 700 °C) ». Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 1–12.
- [43] U. DIEDERICHS, U.M. JUMPPANEN et V. PENTALLA. *Behaviour of high strength concrete at elevated temperatures*. Rap. tech. Helsinki University of Technology, 1992.
- [44] L. DORMIEUX, L. JEANNIN et N. GLAND. « Homogenized models of stress-sensitive reservoir rocks ». Dans : *International Journal of Engineering Science* 49 (2011), p. 386–396.
- [45] L. DORMIEUX et D. KONDO. « Approche micromécanique du couplage perméabilité-endommagement ». Dans : *Comptes Rendus Mécanique* 332 (2004), p. 135–140.
- [46] L. DORMIEUX, D. KONDO et F.-J. ULM. *Microporomechanics*. John Wiley et Sons, 2006.
- [47] L. DORMIEUX, J. SANAHUJA et Y. MAALEJ. « Résistance d’un polycristal avec interfaces intergranulaires imparfaites ». Dans : *Comptes Rendus de Mécanique* 335 (2007), p. 25–31.
- [48] L. DORMIEUX et al. « Micromechanical models of the strength of a sandstone ». Dans : *International journal for numerical and analytical methods in geomechanics* 34 (2010), p. 249–271.
- [49] L. DORMIEUX et al. « Micromechanical models of the strength of a sandstone ». Dans : *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 34 (2010), p. 249–271.
- [50] J.D. ESHELBY. « The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems ». Dans : *Proc. Roy. Soc. London* 76 (1957), p. 376–396.
- [51] H. D. ESPINOSA et P.D. ZAVATTIERI. « A grain level model for the study of failure initiation and evolution in polycrystalline brittle materials. Part I : Theory and numerical implementation ». Dans : *Mechanics of Materials* 35 (2003), p. 333–364.



- 
- [52] M.C.R. FARAGE, J. SERCOMBE et C. GALLÉ. « Rehydration and microstructure of cement paste after heating at temperatures up to 300 °C. » Dans : *Cement and Concrete Research* 33 (2003), p. 1047–1056.
  - [53] R.F. FELDMAN et J.J. BEAUDOIN. « Microstructure and strength of hydrated cement ». Dans : *Cement and Concrete Research* 6 (1976), p. 389–400.
  - [54] R.F. FELDMAN et H. CHENG-YI. « Properties of Portland cement-silica fume pastes II. Mechanical Properties ». Dans : *Cement and Concrete Research* 15 (1985), p. 943–952.
  - [55] R.F. FELDMAN et P.J. SEREDA. « A model of hydrated cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties ». Dans : *Materials and Structure* 1 (1968), p. 509–519.
  - [56] A. FRITSCH et C. HELLMICH. « Universal microstructural patterns in cortical and trabecular, extracellular and extravascular bone materials : Micromechanics-based prediction of anisotropic elasticity ». Dans : *Journal of Theoretical Biology* 244 (2007), p. 597–620.
  - [57] Y-F. FU et al. « Experimental study of micro/macro crack development and stress-strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures. » Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 789–797.
  - [58] Y.F. FU et al. « Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures - Part I : thermal cracking around single inclusion ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 26 (2004), p. 99–111.
  - [59] Y.F. FU et al. « Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures - Part II : thermal cracking around multiple inclusions ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 26 (2004), p. 113–126.
  - [60] S. GALMARINI et al. « Changes in portlandite morphology with solvent composition : Atomistic simulations and experiment ». Dans : *Cement and Concrete Research* (2011).
  - [61] S. GAUFFINET et al. « Observation directe de la croissance d’hydrosilicate de calcium sur des surfaces d’alite et de silice par microscopie à force atomique ». Dans : *Compte-Rendu de l’Académie des Sciences Paris* 327 (1998), p. 231–236.
  - [62] I. GAWESKA-HAGER. « Comportement à hautes températures des bétons à hautes performances - évolution des principales propriétés mécaniques ». Thèse de doct. 2004.
  - [63] E. GEMELLI et al. « Assessment of industrial wastes in mortar layers deposited on stainless steel sheets of sinks ». Dans : *Ceramica* 50 (2004), p. 336–344.
  - [64] S. GHABEZLOO. « Association of macroscopic laboratory testing and micromechanics modelling for the evaluation of the poroelastic parameters of a hardened cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Research* 40 (2010), p. 1197–1210.
  - [65] A.V. GIRAO et al. « Composition, morphology and nanostructure of C-S-H in white Portland cement pastes hydrated at 55°C ». Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 1571–1582.
  - [66] A.V. GIRAO et al. « Composition, morphology and nanostructure of C-S-H in 70 % white Portland cement-30 % fly ash blends hydrated at 55°C ». Dans : *Cement and Concrete Research* 40 (2010), p. 1350–1359.
  - [67] A. GMIRA. « Étude texturale et thermodynamique d’hydrates modèles du ciment ». Thèse de doct. Université d’Orléans, 2003.
  - [68] E. GUEIT et al. « Influence de tensioactifs sur l’hydratation du ciment à l’interface béton/coffrage ». Dans : *Matériaux 2010, Nantes : France 2010*. 2010.

- [69] C-J. HAECKER et al. « Modeling the linear elastic properties of Portland cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Research* 35 (2005), p. 1948–1960.
- [70] I. HAGER. « Comportement à hautes températures des bétons à hautes performances : évolution des principales propriétés mécaniques ». Thèse de doct. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2004.
- [71] S.K. HANDOO, S. AGARWAL et S.K. AGARWAL. « Physicochemical, mineralogical, and morphological characteristics of concrete exposed to elevated temperatures ». Dans : *Cement and Concrete Research* 32 (2002), p. 1009–1018.
- [72] T.Z. HARMATHY. *Fire Safety Design and Concrete*. Longman Scientific et Technical, Essex, England, 1993.
- [73] M.R. HARTMAN et al. « The evolution of structural changes in ettringite during thermal decomposition ». Dans : *Journal of Solid State Chemistry* 179 (2006), p. 1259–1272.
- [74] Z. HASHIN et S. SHTRIKMAN. « A variational approach to the theory of the elastic behavior of multiphase materials ». Dans : *Journal of the Mechanics and the Physics of Solids* 11 (1963), p. 127–140.
- [75] M. HEIKAL. « Effect of temperature on the structure and strength properties of cement pastes containing fly ash alone or in combination with limestone ». Dans : *Ceramics - Silikaty* 50 (2006), p. 167–177.
- [76] K. HERTZ. *Heat-induced explosion of dense concretes*. Rap. tech. Technical University of Denmark, Institute of Building Design, 1984.
- [77] R. HILL. « The essential structure of constitutive laws for metal composites and polycrystals ». Dans : *Journal of the Mechanics and the Physics of Solids* 15 (1967), p. 79–95.
- [78] J.M. ILLSTON et P.D. SANDERS. « The effect of temperature change upon the creep of mortar under torsional loading ». Dans : *Magazine of concrete research* 25 (1973), p. 136–144.
- [79] H.M. JENNINGS. « A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Research* 30 (2000), p. 101–116.
- [80] H.M. JENNINGS. « Colloid model of C-S-H and implications to the problem of creep and shrinkage ». Dans : *Materials and Structures* 34 (2004), p. 59–70.
- [81] H.M. JENNINGS. « Refinements to colloid model of C-S-H in cement : CM-II ». Dans : *Cement and Concrete Research* 38 (2008), p. 275–289.
- [82] H.M. JENNINGS et al. « A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 329–336.
- [83] P. KALIFA et al. *Comportement à haute température des Bétons à Hautes Performances : de l'éclatement à la microstructure*. Rap. tech. Cahiers du CSTB, 1998.
- [84] G.A. KHOURY. « Compressive strength of concrete at high temperatures : a reassessment ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 1633–1644.
- [85] G.A. KHOURY, B.N. GRAINGER et G.P.E. SULLIVAN. « Strain of concrete during first heating to 600°C under load ». Dans : *Magazine of concrete research* 37 (1985), p. 195–215.
- [86] G.A. KHOURY, B.N. GRAINGER et G.P.E. SULLIVAN. « Transient thermal strain of concrete : literature review, conditions, within specimen and behaviour of individual constituents ». Dans : *Magazine of concrete research* 37 (1985), p. 131–144.

- 
- [87] L.J. KLINKENBERG. « The permeability of porous media to liquids and gases. » Dans : *Drilling and Production Practice, American Petroleum Institute, New York* (1941), p. 200–213.
  - [88] T. KNUDSEN. « The dispersion model for the hydration of portland cement 1 : General concepts ». Dans : *Cement and Concrete Research* ().
  - [89] W. KREHER. « Residual stresses and stored energy of composites and polycrystals ». Dans : *Journal of the Mechanics and the Physics of Solids* 38 (1990), p. 115–128.
  - [90] E. KRÖNER. « Bounds for effective elastic moduli of disordered materials ». Dans : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 25 (1977), p. 137–155.
  - [91] D. LEGUILLON. « Strength or toughness ? A criterion for crack onset at a notch ». Dans : *European Journal of Mechanics and Solids* 21 (2002), p. 61–72.
  - [92] M. LION, F. SKOCZYLAS et B. LEDÉSERT. « Determination of the main hydraulic and poro-elastic properties of a limestone from Bourgogne, France ». Dans : *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 41 (2004), p. 915–925.
  - [93] M. LION, F. SKOCZYLAS et B. LEDÉSERT. « Effects of heating on the hydraulic and poroelastic properties of Bourgogne limestone. » Dans : *International Journal of Rocks Mechanics and Mining Science* 42 (2005), p. 508–520.
  - [94] M. LION et al. « Experimental study on a mortar. Temperature effects on porosity and permeability. Residual properties or direct measurements under temperature. » Dans : *Cement and Concrete Research* 35 (2005), p. 1937–1942.
  - [95] H. LOOSVELDT, Z. LAFHAJ et F. SKOCZYLAS. « Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar ». Dans : *Cement and Concrete Research* 32 (2002), p. 1357–1363.
  - [96] M. MAINGUY, O. COUSSY et V. BAROGHEL-BOUNY. « Role of air pressure in drying of weakly permeable materials ». Dans : *ASCE Journal of Engineering Mechanics* 127 (2001), p. 582–592.
  - [97] Y. MARCUS. *The Properties of Solvents*. John Wiley et Sons Ltd, 1999.
  - [98] T. MATSCHI, B. LOTHENBACH et F.P. GLASSER. « The AFm phase in Portland cement ». Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 118–130.
  - [99] P.K. MEHTA et D. MANMOHAN. « Pore size distribution and permeability of hardened cement paste ». Dans : *7<sup>e</sup> Congrès international de la Chimie des ciments*.
  - [100] N. MELLER, K. KYRITSIS et C. HALL. « The hydrothermal decomposition of calcium monosulfoaluminate 14-hydrate to katoite hydrogarnet and  $\beta$ -anhydrite : An in-situ synchrotron X-ray diffraction study ». Dans : *Journal of Solid State Chemistry* 182 (2009), p. 2743–2747.
  - [101] A. MENOU. « Etude du comportement thermomécanique des bétons à hautes températures : approche multi-échelles de l'endommagement thermique ». Thèse de doct. 2004.
  - [102] P.J.M. MONTEIRO et C.T. CHANG. « The elastic-moduli of calcium hydroxide ». Dans : *Cement and Concrete Research* 25 (1995), p. 1605–1609.
  - [103] T. MORI et K. TANAKA. « Average stress in the matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions ». Dans : *Acta Metallurgica* 21 (1973), p. 571–574.
  - [104] A. NEEDLEMAN. « A continuum model for void nucleation by interfacial debonding ». Dans : *Journal of Applied Mechanics* 54 (1987), p. 525–531.
  - [105] A. NEEDLEMAN. « An analysis of decohesion along an imperfect interface ». Dans : *International Journal of Fracture* 42 (1990), p. 21–40.

- [106] A. NEEDLEMAN. « Micromechanical modeling of interfacial decohesion ». Dans : *Ultra-microscopy* 40 (1992), p. 203–214.
- [107] S. NEMAT-NASSER et M. HORI. *Micromechanics : Overall Properties of Heterogeneous Materials*. North-Holland, 1993.
- [108] A.M. NEVILLE. *Properties of concrete*. Wiley et Sons, 1996.
- [109] A. NONAT. « The structure stoichiometry of C-S-H ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 1521–1528.
- [110] A. NOUMOWÉ. « Effet des hautes températures (20-600 °C) sur le béton ». Thèse de doct. 1995.
- [111] A. NUR et J.D. BYERLEE. « An exact effective stress law for elastic deformation of rock with fluids ». Dans : *Journal of Geophysical Research* 76 (1971), p. 6414–6419.
- [112] J. B. ODELSON, E. A. KERR et W. VICHIT-VADAKAN. « Young's modulus of cement paste at elevated temperatures. » Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 258–263.
- [113] J.B. ODELSON, E.A. KERR et W. VICHIT-VADAKAN. « Young's modulus of cement paste at elevated temperatures ». Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 258–263.
- [114] J.M. ORTEGA, I. SANCHEZ et M.A. CLIMENT. « Durability related transport properties of OPC and slag cement mortars hardened under different environmental conditions. » Dans : *Construction and Building Materials* (2011).
- [115] R.J.-M. PELLENQ, N. LEQUEUX et H. van DAMME. « Engineering the bonding scheme in C-S-H : The iono-covalent framework ». Dans : *Cement and Concrete Research* 38 (2008), p. 159–174.
- [116] R.J.-M. PELLENQ et al. « A realistic molecular model of cement hydrates ». Dans : *Proceeding of the National Academy of Sciences* (2009).
- [117] S.E. PHILAJAVAARA. « A review of some of the main results of a research on the aging phenomena of concrete : effect of moisture conditions on strength ». Dans : *Cement and Concrete Research* 4 (1974), p. 761–771.
- [118] B. PICHLER, C. HELLMICH et J. EBERHARDSTEINER. « Spherical and acicular representation of hydrates in a micromechanical model for cement paste prediction of early-age elasticity and strength ». Dans : *Acta Mechanica* 203 (2009), p. 137–162.
- [119] A. PLASSAIS. « Nanoporosité, texture et propriétés mécaniques de pâtes de ciments ». Thèse de doct. 2003.
- [120] T.C. POWERS. « in : H.F.W. Taylor, Chapter 10 ». Dans : *The Chemistry of Cements, Academic Press, London* vol 1 (1964).
- [121] T.C. POWERS et T.L. BROWNYARD. « Studies of the physical properties of hardened portland cement paste ». Dans : *Research Laboratories of the Portland Cement Association, Chicago* ().
- [122] D. QUESADA, D. LEGUILLON et C. PUTOT. « Multiple failures in or around a stiff inclusion embedded in a soft matrix under a compressive loading ». Dans : *European Journal of Mechanics and Solids* 28 (2009), p. 668–679.
- [123] V.S. RAMACHANDRAN, R.F. FELDMAN et J.J. BEAUDOIN. *Concrete science : treatise on current research*. Heydon et Son Ltd., London, 1981.
- [124] M. REGOURD et H. HORNAIN. « Application de la microscopie électronique à balayage ». Dans : *Revue des matériaux de construction* ().

- 
- [125] I.G. RICHARDSON. « The nature of CSH in hardened cements ». Dans : *Cement and Concrete Research* 29 (1999), p. 1131–1147.
  - [126] I.G. RICHARDSON. « The nature of the hydration products in hardened cement pastes ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 22 (2000), p. 97–113.
  - [127] I.G. RICHARDSON. « Tobermorite/jennite- and tobermorite/calcium hydroxide-based models for the structure of C-S-H : applicability to hardened pastes of tricalcium silicate,  $\beta$ -dicalcium silicate, Portland cement, and blends of Portland cement with blast-furnace slag, metakaolin, or silica fume ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 1733–1777.
  - [128] I.G. RICHARDSON et G.W. GROVES. « Models for the composition and structure of calcium silicate hydrate (CSH) gel in hardened tricalcium silicate pastes ». Dans : *Cement and Concrete Research* 22 (1992), p. 1001–1010.
  - [129] C. De SA. « Etude hydro-mécanique et thermo-mécanique du béton : Influence des gradients et des incompatibilités de déformation ». Thèse de doct. Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2007.
  - [130] J. SALENGON. *Mécanique des milieux continus : Tome 2, Thermoélasticité*. École Polytechnique, 2002.
  - [131] J. SANAHUJA. « Impact de la morphologie structurale sur les performances mécaniques des matériaux de construction : application au plâtre et à la pâte de ciment ». Thèse de doct. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2008.
  - [132] J. SANAHUJA et L. DORMIEUX. « Résistance d'un milieu poreux à phase solide hétérogène ». Dans : *Comptes Rendus de Mécanique* 333 (2005), p. 818–823.
  - [133] J. SANAHUJA, L. DORMIEUX et G. CHANVILLARD. « Modelling elasticity of a hydrating cement paste ». Dans : *Cement and Concrete Research* 37 (2007), p. 1427–1439.
  - [134] N. SCHMITT et al. « Coupling between kinetics of dehydration, physical and mechanical behaviour for high alumina castable. » Dans : *Cement and Concrete Research* 30 (2000), p. 1597–1607.
  - [135] U. SCHNEIDER. « Behaviour of concrete under thermal steady state and non-steady state conditions ». Dans : *Fire and Materials* 1 (1976), p. 103–115.
  - [136] U. SCHNEIDER. « Concrete at high temperatures - a general review ». Dans : *Fire Safety Journal* 13 (1988), p. 55–68.
  - [137] K.L. SCRIVENER. « The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete ». Dans : *Interface Science* 12 (2004), p. 411–421.
  - [138] E.J. SELLEVOLD et F. RADJY. « Drying and resaturation effects on internal friction in hardened cement pastes ». Dans : *Journal of American Ceramic Society* 59 (1976), p. 256–258.
  - [139] Y. SHIMADA et J.F. YOUNG. « Thermal stability of ettringite in alkaline solutions at 80 °C ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 2261–2268.
  - [140] T. SHIOTANI, J. BISSCHOP et J.G.M. Van MIER. « Temporal and spatial development of drying shrinkage cracking in cement-based materials ». Dans : *Engineering Fracture Mechanics* 70 (2003), p. 1509–1525.
  - [141] R. SIERRA. « Contribution à l'étude de l'hydratation des silicates de calcium hydrauliques ». Dans : *Laboratoire des Ponts et Chaussées* 39 (1974).

- [142] J. SKALNY, J. GEBAUER et I. ODLER. « Scanning Electron Microscopy in Concrete Petrography. Materials Science of Concrete Special Volume : Calcium Hydroxide in Concrete ». Dans : *American Ceramic Society* (2001), p. 59–72.
- [143] F. SKOCZYLAS, N. BURLION et I. YURTDAS. « About drying effects and pro-mechanical behaviour of mortars ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 29 (2007), p. 383–390.
- [144] S. SPEZIALE et al. « Determination of the elastic constants of portlandite by Brillouin spectroscopy ». Dans : *Cement and Concrete Research* 38 (2008), p. 1148–1153.
- [145] S. SPEZIALE et al. « Single-crystal elastic constants of natural ettringite ». Dans : *Cement and Concrete Research* 38 (2008), p. 885–889.
- [146] E. STORA, Q-C. HE et B. BARY. « Influence of inclusion shapes on the effective linear elastic properties of hardened cement pastes ». Dans : *Cement and Concrete Research* 36 (2006), p. 1330–1344.
- [147] P. SUQUET. « Overall properties of nonlinear composites : a modified secant moduli theory and its link with ponte castañeda's nonlinear variational procedure ». Dans : *C.R. Académie des Sciences Paris* 301 (1995), p. 563–571.
- [148] H.F.W. TAYLOR. « Proposed structure for calcium silicate hydrate gel ». Dans : *Journal of the American Ceramic Society* 69 (1986), p. 464–467.
- [149] H.F.W. TAYLOR. *Cement Chemistry*. Thomas Telford Publishing, 1997.
- [150] R. TAYLOR, I.G. RICHARDSON et R.M.D. BRYDSON. « Composition and microstructure of 20-year-old ordinary Portland cement-ground granulated blast-furnace slag blends containing 0 to 100 % slag ». Dans : *Cement and Concrete Research* ().
- [151] R. TAYLOR, I.G. RICHARDSON et R.M.D. BRYDSON. « Composition and microstructure of 20-year-old ordinary Portland cement-ground granulated blast-furnace slag blends containing 0 to 100 % slag ». Dans : *Cement and Concrete Research* 40 (2010), p. 971–983.
- [152] P.D. TENNIS et H.M. JENNINGS. « A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes ». Dans : *Cement and Concrete Research* ().
- [153] P.D. TENNIS et H.M. JENNINGS. « A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes ». Dans : *Cement and Concrete Research* 30 (2000), p. 855–863.
- [154] P.D. TENNIS et H.M. JENNINGS. « A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes ». Dans : *Cement and Concrete Research* 30 (2000), p. 855–863.
- [155] K. TERZAGHI. *Theoretical Soil Mechanics*. John Wiley et Sons, 1943.
- [156] P. TRTIK, B. MÜNCH et P. LURA. « A critical examination of statistical nanoindentation on model materials and hardened cement pastes based on virtual experiments ». Dans : *Cement and Concrete Composites* 31 (2009), p. 705–714.
- [157] F.J. ULM, O. COUSSY et Z.P. BAZANT. « The Chunnel fire. I; Chemoplastic softening in rapidly heated concrete ». Dans : *Journal of Engineering Mechanics* 125 (1999), p. 272–283.
- [158] M. VANDAMME, F-J. ULM et P. FONOLLOSA. « Nanogranular packing of C-S-H at sub-stoichiometric conditions ». Dans : *Cement and Concrete Research* 40 (2010), p. 14–26.
- [159] K. WILLIAM et I.R.B. SHING. « Interface damage model for thermomechanical degradation of heterogeneous materials ». Dans : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 193 (2004), p. 3327–3350.

- 
- [160] F.H. WITTMANN. « Surface tension, shrinkage and strength of hardened cement paste ». Dans : *Materials and Structures* 1 (1968), p. 547–552.
- [161] H. XU et al. « Anisotropic thermal expansion and hydrogen bonding behavior of portlandite : A high-temperature neutron diffraction study ». Dans : *Journal of Solid State Chemistry* 180 (2007), p. 1519–1525.
- [162] C.C. YANG. « Effect of the transition zone on the elastic moduli of mortar ». Dans : *Cement and Concrete Research* 28 (1998), p. 727–736.
- [163] I. YURTDAS et al. « Influences of water by cement ratio on mechanical properties of mortars submitted to drying ». Dans : *Cement and Concrete Research* 36 (2006), p. 1286–1293.
- [164] A. ZAOUI. *Matériaux hétérogènes et composites*. Ecole Polytechnique. 2000.
- [165] Q. ZHOU et F.P. GLASSER. « Thermal stability and decomposition mechanisms of ettringite at 120°C ». Dans : *Cement and Concrete Research* 31 (2001), p. 1333–1339.
- [166] Q. ZHOU, E.E. LACHOWSKI et F.P. GLASSER. « Metaettringite, a decomposition product of ettringite ». Dans : *Cement and Concrete Research* 34 (2004), p. 703–710.